Manuel d'instructions
Lyophilisateur

GAMMA 1-16 LSC

Référence 102161

GAMMA 2-16 LSC

Référence 102162

Fisher Scientific Bioblock
Part of Thermo Fisher Scientific
Parc d'innovation - BP 50111 - F67403 illkirch cedex

France
tél 03 88 67 14 14
fax 03 88 67 11 68
vente@bioblock.fr
www.bioblock.com

Belgique / België
tél 056 260 260
fax 056 260 270
belgium@bioblock.com
www.bioblock.be

España
tfno 91 515 92 34
fax 91 515 92 35
ventas@bioblock.com
www.es.fishersci.com

Version 11.2006 - Français

Manuel d'instructions

GAMMA 1-16 LSC / GAMMA 2-16 LSC

Numéro de commande :

Numéro de série :

Pour tout renseignement, veuillez mentionner les numéros ci-dessus.

Adresse du service après-vente :

Préface

Cher client,

Félicitations pour avoir choisi un lyophilisateur **CHRIST**.

Le lyophilisateur **GAMMA 1-16 LSC / GAMMA 2-16 LSC** est équipé de nombreux options conviviales qui vous en faciliteront l'utilisation.

Le lyophilisateur **GAMMA 1-16 LSC / GAMMA 2-16 LSC** nouvellement conçu est un lyophilisateur à usage universel de CHRIST pour les laboratoires, les départements R&D et les instituts scientifiques. La gamme d'accessoires éprouvés permet de configurer l'appareil en fonction de l'application désirée. Grâce à cette gamme d'accessoires pratiques et universels, le lyophilisateur peut être utilisé pour pratiquement toutes les applications de lyophilisation dans des flacons à fond rond, des coupelles, des ampoules, des flacons d'injection, etc.

Le système de contrôle convivial LSC (Lyo-Screen-Control) permet une commande intuitive et représente un avantage particulier :

- Ecran de visualisation 1/4 VGA LCD
- Interface utilisateur graphique avec commande à bouton unique (« tourner et presser »).
- Représentation bien disposée des données du processus les plus importantes
- Entrée de 30 programmes de lyophilisation max. sous forme de tableau (disponible en option)
- Logiciel WINDOWS NT disponible en option

Ce lyophilisateur offre une gamme de fonctions étendue pour une grande variété d'applications pratiques.

Nous vous remercions de votre confiance et vous souhaitons tout le succès possible dans vos applications de lyophilisation.

Sommaire

1. Informations générales 1

1.1. Introduction 1
1.2. Applications....1
1.3. Données techniques du lyophilisateur GAMMA 1-16 LSC / GAMMA 2-16 LSC 3
1.4. Normes et réglementations....6
1.5. Règles de sécurité 6
1.5.1. ATTENTION ! Déconnecter le cordon d'alimentation ! 6
1.5.2. ATTENTION ! Solvants ! 6
1.5.3. CONSEIL ! Nettoyage et entretien de l'appareil !....7
1.5.4. ATTENTION ! Gelures aux membres !....7
1.5.5. IMPORTANT ! Instructions pour le transport !....7
1.6. Programmes de lyophilisation interdits....8

2. Généralités sur la lyophilisation 9

2.1. Généralités sur la lyophilisation 9
2.2. Préparation....12
2.3. Congélation....12
2.4. Dessiccation primaire....13
2.5. Dessiccation secondaire....17
2.6. Fin de la lyophilisation et aération 18
2.7. Dégivrage....18

3. Description des processus de lyophilisation 19

3.1. Congélation et dessiccation à l'intérieur du piège du condenseur (processus A) sur un plateau thermorégulé....19
3.2. Congélation à part et dessiccation à l'extérieur du piège du condenseur (processus B) sur des plateaux chauffants....20
3.3. Congélation à part et dessiccation à l'extérieur du piège du condenseur (processus B) avec système de bouchage....22
3.4. Congélation à part et dessiccation de liquides dans des ballons (processus B)....23
3.5. Congélation à part et dessiccation de liquides dans des ampoules (processus B)....24

4. Installation et mise en service 25

4.1. Emplacement....25
4.2. Raccordement au secteur....25
4.3. Fusibles....26
4.4. Contrôle du conducteur de protection....26
4.5. Aération....26
4.6. Condensat et eau de dégivrage....26
4.7. Gaz d'échappement de la pompe à vide 26
4.8. Mise en service initiale....28
4.8.1. Eléments de contrôle et composants fonctionnels....28
4.8.2. Raccordement du capteur de vide, de la pompe à vide et de la vanne régulatrice de pression....29

4.8.3. Installation des composants accessoires 34
4.8.4. Note concernant l'utilisation des robinets en caoutchouc 40
4.8.5. Préparation de la lyophilisation 40
4.8.6. Mise en marche 40

5. Système de contrôle LSC 41

5.1. Introduction 41
5.1.1. Le panneau de commande LSC 41
5.1.2. Brève description de la commande 42
5.2. Les composants visuels du système de contrôle LSC 43
5.2.1. Barre de menu 43
5.2.2. Zone de fenêtre 44
5.2.3. Barre d'état 50
5.3. Touches de fonction 50
5.4. Mode manuel 52
5.4.1. Procédé pour l'entrée des valeurs de consigne en mode manuel 53
5.4.2. Valeurs de consigne pour la congélation manuelle 54
5.4.3. Valeurs de consigne pour la dessiccation primaire manuelle et la dessiccation secondaire 55
5.4.4. Dégivrage manuel (option) 55
5.4.5. Mesure manuelle de l'augmentation de pression (option) 56
5.4.6. Présélection 57
5.5. Module de programmation (option) 58
5.5.1. Généralités 58
5.5.2. Nouveau programme 60
5.5.3. Modifier un programme 61
5.5.4. Ouvrir un programme 64
5.5.5. Copier un programme 65
5.5.6. Effacer un programme 65
5.5.7. Delta-t congélation/dessiccation 66
5.5.8. Mesure de l'augmentation de pression pendant la dessiccation 66
5.6. Système d'information du processus et de l'appareil 67
5.6.1. Messages de processus 68
5.7. Options 70
5.7.1. Informations 70
5.7.2. Contraste de l'affichage 70
5.7.3. Langue 71
5.7.4. Modifier la date et l'heure 71
5.7.5. Maintenance du lyophilisateur 72
5.7.6. Intervalles de maintenance pour la pompe à vide 73
5.7.7. Processus 73
5.7.8. Déblocage 74
5.7.9. Sécurité 75
5.7.10. Calibrage du système 76
5.8. Guide rapide 77

6. Instructions pour corriger les erreurs 79

6.1. Coupure de courant 79
6.2. Vide insuffisant 79
6.3. L'appareil ne fonctionne pas 81
6.4. Le chauffage ne fonctionne pas 81
6.5. Le ventilateur (piège) ne fonctionne pas 81
6.6. Température du condenseur ou du plateau insuffisante 82
6.7. Le système d'information du processus et de l'appareil 82
6.7.1. Messages d'erreur 82

7. Maintenance et nettoyage 87

7.1. Piège du condenseur 87

7.2. Echangeur de chaleur 87
7.3. Ajustage et maintenance du capteur de vide VSP62 87
7.3.1. Maintenance du capteur de vide : 87
7.3.2. Remplacement et ajustage 88
7.4. Robinets en caoutchouc 89
7.5. Pompe à vide 89
7.6. Filtre d'échappement 90
7.7. Nettoyage 90
7.7.1. Nettoyage du lyophilisateur 90
7.7.2. Nettoyage des accessoires 90
7.7.3. Entretien de la vanne d'aération et de la vanne de vidange 91
7.7.4. Désinfection de la chambre de dessiccation, du couvercle et des accessoires 91
7.7.5. Vérifications par l'utilisateur 92

8. Options 93

8.1. Système de contrôle de processus LPC-32, logiciel 93
8.2. Système de contrôle de processus LPC-32, logiciel avec matériel ordinateur 93
8.3. Module de programmation PGM30 93
8.4. Unité d'extension HED-16 LSC 93
8.5. LyoLog LL-1 (logiciel de documentation) 93
8.6. Système de mesure d'augmentation de pression 93
8.7. Lyocontrol 93
8.8. Elévateur électrique 94
8.9. Version résistante aux solvants 94
8.10. IQ / OQ 94
8.11. Bain réfrigérant CB 18-40 94
8.12. Bain réfrigérant 94

9. Annexe 95

10. Fonctions spéciales 111

1. Informations générales

1.1. Introduction

Qu'est-ce que la lyophilisation?

Lyophilisation signifie : extraction de l'eau d'un produit congelé. Le séchage est réalisé en évitant de passer par l'état liquide, par sublimation, c'est-à-dire par passage direct de l'état de glace à l'état de vapeur d'eau. Ceci est réalisé sous vide et en général avec une température du produit inférieure à -10°C.

Le but de la lyophilisation est d'obtenir un produit qui est facilement soluble dans l'eau et qui, après addition d'eau, présente les mêmes caractéristiques que le produit d'origine.

Le fait que le séchage soit effectué à l'état congelé sous des températures très basses rend possible le séchage, par exemple, de l'albumine, qui n'est pas dénaturé au cours de ce processus. De même, la plupart des autres composants chimiques ne subiront aucune modification qualitative ou quantitative.

Avec la lyophilisation, le matériel d'origine principalement biologique - comme les tissus, les extraits tissulaires, les bactéries, les vaccins et le sérum - est transformé en produit sec. Les changements enzymatiques, bactériens et chimiques sont considérablement réduits par ce procédé.

La lyophilisation est également le procédé qui ménage le plus la conservation des propriétés biologiques des tissus et des composants tissulaires fragiles.

De plus, la lyophilisation convient particulièrement au séchage des matériaux inorganiques si la surface des particules ne doit pas être changée, par exemple lors du séchage des dispersions nanométriques.

1.2. Applications

Le lyophilisateur **GAMMA 1-16 LSC / GAMMA 2-16 LSC** est un appareil de laboratoire et de pré-production universel de haute performance permettant de lyophiliser des produits solides ou liquides dans des ampoules, des flacons, des ballons en verre,

des bouteilles de plasma ou des coupelles. Selon les configurations, toutes les différentes étapes du processus de lyophilisation sont réalisables dans l'appareil :

- Congélation des produits
- Lyophilisation (sublimation) des produits à des températures et des pressions limites définies par l’utilisateur
- Dessiccation secondaire des produits à des températures limites définies par l’utilisateur et à un vide final élevé pour l’élimination de l’eau fixée moléculairement ("eau liée") et par capillarité

Le lyophilisateur **GAMMA 1-16 LSC / GAMMA 2-16 LSC** convient, par exemple, à la lyophilisation des cultures de bactéries et de virus, du plasma sanguin, des fractions de sérum, des anticorps, des sérums, des vaccins et des produits pharmaceutiques comme le chloramphénicol, la streptomycine, les vitamines, les ferments ainsi que les extraits de plantes pour les examens biochimiques.

1.3. Données techniques du lyophilisateur GAMMA 1-16 LSC / GAMMA 2-16 LSC

Données	GAMMA 1-16 LSC	GAMMA 2-16 LSC
Capacité du condenseur :	16 kg max.	16 kg max.
Performance du condenseur :	12 kg/24 h max.	12 kg/24 h max.
Température du condenseur :	environ –60°C	environ –85°C
Température des plateaux pour la congélation et lyophilisation à l'intérieur piège (procédé A)	environ -25°C à +99°C	environ -50°C à +99°C
Température des plateaux pour la lyophilisation à l'extérieur du piège (procédé B) :	température ambiante à +99°C max.	température ambiante à +99°C max.
Nombre max. de plateaux pour la lyophilisation à l'intérieur du piège (procédé A) :	5 plateaux Ø200mm ≙ 0,155m^2	5 plateaux Ø200mm ≙ 0,155m^2
Nombre max. de plateaux pour la lyophilisation à l'intérieur du piège dans des flacons à sertir avec bouchage sous vide ou sous gaz inerte (procédé A) :	2 plateaux, Ø250mm ≙ 0,09m^2	2 plateaux, Ø250mm ≙ 0,09m^2
Nombre max. de plateaux pour la lyophilisation à l'extérieur due piège (procédé B) :	8 plateaux, Ø375mm ≙ 0,88m^2	8 plateaux, Ø375mm ≙ 0,88m^2

Données	**GAMMA 1-16 LSC**	**GAMMA 2-16 LSC**
Nombre max. de plateaux pour la lyophilisation à l'intérieur du piège dans des flacons à sertir avec bouchage sous vide ou sous gaz inerte (procédé B) :	4 plateaux, Ø250mm ≙ 0,18m^2	4 plateaux, Ø250mm ≙ 0,18m^2
Lyophilisation dans des ballons à fond rond ; nombre maximal (tenir compte de la capacité maximale du condenseur de 4 kg) (procédé B) :	12 pièces ou 24 pièces	12 pièces ou 24 pièces
Autres caractéristiques (sans pompe à vide) :		
Dimensions de l'appareil :	largeur : 860 mm hauteur : 485 mm profondeur : 650 mm (connexion de la bride de vide incluse)	
Poids :	environ 135 kg	environ 160 kg
Emissions sonores selon DIN 45635:	-- dB (A)	-- dB (A)
Comptabilité électro-magnétique selon EN 55011	classe B	classe B
Quantités de remplissage :		
Réfrigérant :	voir l'étiquette à l'arrière de l'appareil	voir l'étiquette à l'arrière de l'appareil

Données	GAMMA 1-16 LSC	GAMMA 2-16 LSC
Données de connexion avec pompe à vide 0,4 KVA :		
Connexion électrique :	230 V / 50 Hz (autres valeurs sur demande)	230 V / 50 Hz (autres valeurs sur demande)
Puissance nominale :	2,1 KW	2,3 KW
Consommation max. de courant :	9 A	13 A
Protection par fusibles :	14 A	14 A
Température ambiante :	+10°C à +25°C (températures supérieures sur demande)	+10°C à +25°C (températures supérieures sur demande)
Connexions de l'appareil :		
Connexion au vide :	connexion à petites brides DN 25 KF (ISO 28403, DIN 2861)	connexion à petites brides DN 25 KF (ISO 28403, DIN 2861)
Vanne de vidange :	embout pour tuyau DN 10 (diamètre extérieur de 12 mm)	embout pour tuyau DN 10 (diamètre extérieur de 12 mm)
Vanne d'aération :	embout pour tuyau DN 4 (diamètre extérieur de 8 mm) surpression max. de 0,2 bar	embout pour tuyau DN 4 (diamètre extérieur de 8 mm) surpression max. de 0,2 bar

[1)] Les valeurs données (particulièrement les températures, la puissance et la capacité) se réfèrent à la température ambiante nominale de +20°

Inclus dans la livraison :

- 1 tube de graisse à vide
- 1 litre d'huile pour la pompe à vide (seulement si une pompe est livrée)
- 1 jeu d'éléments de bride et divers outils pour l'entretien et la maintenance de l'appareil
- 0,5 m de tuyau de vidange (silicone 8 x 12 mm)
- 1 manuel d'instructions et une documentation technique détaillée
- Mise en service (en Allemagne)

Exclus de la livraison :

- La pose du tuyau d'échappement pour la pompe à vide (pas nécessaire avec un filtre d'échappement)

1.4. Normes et réglementations

Se reporter à la déclaration de conformité EU jointe.

1.5. Règles de sécurité

1.5.1. ATTENTION ! Déconnecter le cordon d'alimentation !

Certaines pièces sous tension étant accessibles dans l'appareil, débrancher le cordon d'alimentation avant d'ouvrir les panneaux latéraux ou avant de démonter le panneau de commande.

Pour sa maintenance, l'appareil doit être mis hors tension avec le commutateur d'alimentation.

1.5.2. ATTENTION ! Solvants !

Les produits acides ou contenant une forte concentration en solvant ne peuvent pas être lyophilisés sans mesures de protection et dispositifs spéciaux comme, par exemple, un piège de refroidissement pour protéger la pompe à vide (si nécessaire, demander des informations auprès du

fabricant). L’appareil peut également être endommagé par la corrosion.

L'utilisation d'azides demande des mesures de sécurité particulières car un explosif dangereux se forme en présence de cuivre ou de métaux non ferreux! Il est indispensable de consulter notre entreprise!

1.5.3. CONSEIL ! Nettoyage et entretien de l’appareil !

Pour les substances infectieuses, toxiques, pathogènes et radioactives, respecter les règles de sécurité correspondantes.

1.5.4. ATTENTION ! Gelures aux membres !

Pendant le fonctionnement du lyophilisateur, des situations dangereuses peuvent survenir au niveau du piège. Pendant l'installation des plateaux, faire attention à éviter tout contact des membres avec le condenseur car ils pourraient geler en surface. Les membres ne peuvent être alors décollés qu'en apportant de la chaleur. Ne pas utiliser de liquide.

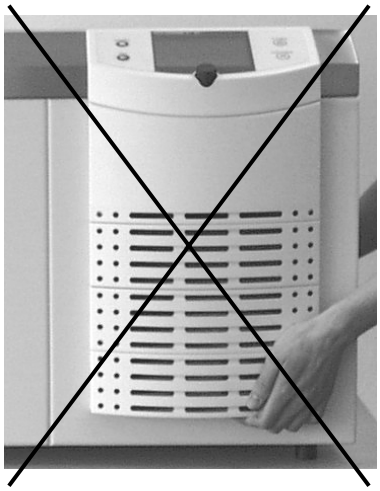
1.5.5. IMPORTANT ! Instructions pour le transport !

Conserver l'emballage pour un transport ultérieur.

Le lyophilisateur doit être porté par deux personnes en le tenant par le dessous des deux côtés.

AVERTISSEMENT : Pendant le transport ou la dépose de l'appareil, ne pas tenir le panneau de commande en plastique. Faire attention à ne pas s'écraser les doigts en posant l'appareil sur une surface.

CORRECT



MAUVAIS

1.6. Programmes de lyophilisation interdits

1. Utilisation d'un lyophilisateur incorrectement installé.
2. Utilisation sans panneaux latéraux.
3. Utilisation par une personne non autorisée.
4. Utilisation avec des plateaux incorrectement installés.
5. Utilisation avec des substances hautement corrosives. Ne pas lyophiliser ces substances ou uniquement en prenant des mesures de sécurité spéciales. Ces substances ne doivent pas endommager les matériaux et affecter la résistance mécanique du piège, de la chambre de dessiccation, du couvercle et des accessoires.
6. Utilisation avec des accessoires non autorisés par le fabricant, sauf pour des récipients de lyophilisation commerciale en verre ou plastique. L'utilisation de produits de mauvaise qualité est déconseillée. Le bris de verre ou l'éclatement de récipients peut créer des situations dangereuses pendant la lyophilisation.
7. Utilisation dans des zones présentant un risque d'explosion.
8. Ne pas cogner ou déplacer le lyophilisateur pendant le fonctionnement. Ne pas se pencher ou s'appuyer sur le lyophilisateur.
9. Ne pas placer de matériaux potentiellement dangereux, par exemple des récipients en verre contenant des liquides, à proximité du lyophilisateur.
10. Ne pas sécher des produits pouvant réagir en présence d'énergie élevée pendant le programme de lyophilisation.
11. Ne pas lyophiliser de substances explosives ou hautement inflammables.
12. Les substances infectieuses, toxiques, pathogènes et radioactives doivent être lyophilisées uniquement dans des récipients appropriés
13. Ne pas lyophiliser es substances qui peuvent endommager le matériau des plateaux et de la chambre uniquement en prenant des mesures de sécurité spéciales.

2. Généralités sur la lyophilisation

2.1. Généralités sur la lyophilisation

La lyophilisation constitue la procédure la plus douce pour déshydrater des matériaux. Elle est basée sur le phénomène physique de la sublimation, c'est-à-dire le passage direct de l'état solide à l'état gazeux. Le produit congelé est déshydraté sous vide sans dégeler. Le condenseur peut être décrit comme une pompe à vapeur car l'humidité qui s'évapore sous vide pendant la dessiccation gèle sur le condenseur qui est très froid. La pompe à vide est par conséquent prévue pour retirer uniquement l'air de la chambre de dessiccation (= pompe à gaz) et non les vapeurs. Afin de démarrer le processus de sublimation, il faut apporter de la chaleur au produit. Ceci se fait pendant la lyophilisation dans des ballons à fond rond ou dans des flacons à col large etc. par l'intermédiaire de l'environnement plus chaud (contact thermique direct), sur les plateaux non chauffés par le rayonnement thermique provenant de l'environnement et directement par les plateaux s'ils sont chauffés. Lorsque « l'eau libre » a complètement été retirée du produit, il est également possible de retirer l'eau liée par adsorption à l'aide d'un vide très profond. Cette partie du processus de la lyophilisation est appelée dessiccation secondaire (désorption).

Les composants de base du lyophilisateur sont:

- Chambre de dessiccation à vide avec dispositif de chauffage
  a) plateaux chauffés ou non chauffés pour la lyophilisation en coupelles
  b) plateaux avec un système de bouchage pour la lyophilisation dans des flacons
  c) robinets en caoutchouc pour raccorder des ballons à fond rond, des flacons à col large, etc.
  d) manifold pour raccorder des ballons à fond rond, des flacons à col large, etc.
- Pompes pour retirer l’air et le vapeur d’eau
  a) pompe à vide pour évacuer la chambre de

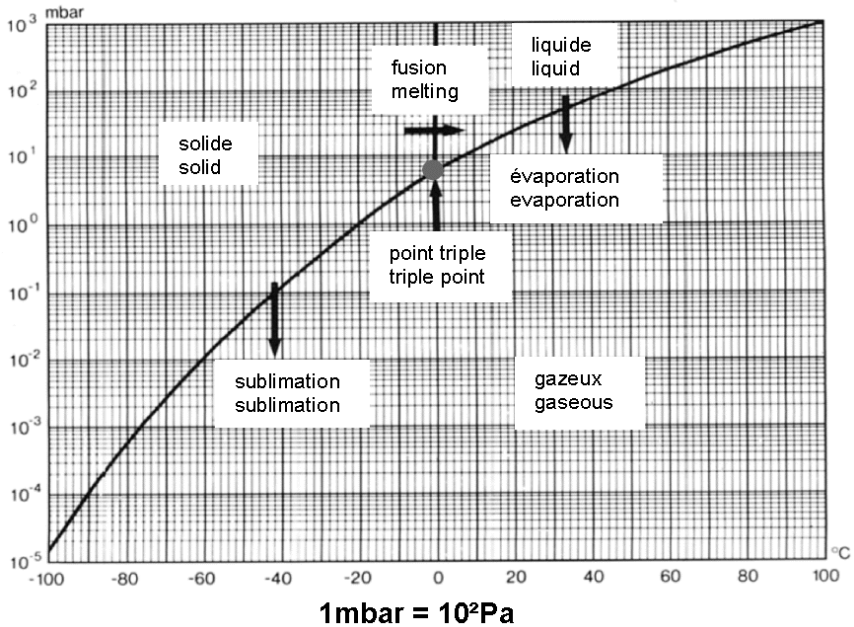
dessiccation
(= pompe à gaz)

b) condenseur avec des températures de -50°C à -105°C (selon le type d'appareil) pour retirer la vapeur d'eau de la chambre de dessiccation
(= pompe à vapeur)

Sublimation

Le principe de la sublimation est brièvement expliqué à l'aide du diagramme d'équilibre de l'eau (lyophilisation des solutions principalement aqueuses, voir la courbe de pression de vapeur). Si la pression est supérieure à 6,11 mbar, l'eau passe par les trois phases (solide, liquide, gazeuse) lorsque la température baisse ou augmente. A 6,11 mbar, la courbe de pression de fusion, la courbe de pression de vapeur et la courbe de pression de sublimation se rencontrent en un point, le point triple. A ce point, les trois phases sont présentes simultanément. En dessous de ce point, c'est-à-dire lorsque la pression est inférieure à 6,11 mbar, l'eau passe directement de la phase solide à la phase gazeuse en atteignant la courbe de pression de sublimation (courbe de pression de vapeur sur glace).

Courbe de pression de vapeur pour la glace et l'eau



1mbar = 10^2Pa

Tableau de conversion "Pression de vapeur sur glace" (courbe de pression de sublimation)

Unités de pression: 1mbar = 100Pa
1Pa = 0,01mbar

Unités de température:

$$T = t + 273$$
$$t = T - 273$$
$$t_F = 1{,}8 \cdot t + 32$$
$$t = \frac{t_F - 32}{1{,}8}$$

T = température thermodynamique K (Kelvin)
t = température Celsius °C
t_F = température Fahrenheit °F

°C	≙mbar	°C	≙mbar	°C	≙mbar	°C	≙mbar
0	6,110	-20	1,030	-40	0,120	-60	0,011
-1	5,620	-21	0,940	-41	0,110	-61	0,009
-2	5,170	-22	0,850	-42	0,100	-62	0,008
-3	4,760	-23	0,770	-43	0,090	-63	0,007
-4	4,370	-24	0,700	-44	0,080	-64	0,006
-5	4,020	-25	0,630	-45	0,070	-65	0,0054
-6	3,690	-26	0,570	-46	0,060	-66	0,0047
-7	3,380	-27	0,520	-47	0,055	-67	0,0041
-8	3,010	-28	0,470	-48	0,050	-68	0,0035
-9	2,840	-29	0,420	-49	0,045	-69	0,0030
-10	2,560	-30	0,370	-50	0,040	-70	0,0026
-11	2,380	-31	0,340	-51	0,035	-71	0,0023
-11	2,170	-32	0,310	-52	0,030	-72	0,0019
-13	1,980	-33	0,280	-53	0,025	-73	0,0017
-14	1,810	-34	0,250	-54	0,024	-74	0,0014
-15	1,650	-35	0,220	-55	0,021	-75	0,0012
-16	1,510	-36	0,200	-56	0,018	-76	0,0010
-17	1,370	-37	0,180	-57	0,016	-77	
-18	1,250	-38	0,160	-58	0,014	-78	
-19	1,140	-39	0,140	-59	0,012	-79	

Etapes du processus de lyophilisation

Pré-congélation	Dessiccation
sous pression atmosphérique (par exemple à –25°C)	sous vide (par exemple à 0,01 mbar)
= formation de structure de glace	= conserve l' eau dans la phase solide

Nécessité d'ajouter :
Apport d'énergie (= chaleur)

mais : la matière reste en phase solide/glace !

(loi physique : le vide est responsable de la température du produit)

2.2. Préparation

Si l'appareil est équipé d'une vanne régulatrice de pression, il est conseillé de préchauffer la pompe à vide. La durée de vie de la pompe à vide peut être considérablement prolongée si elle n'est pas chargée des gaz condensables qu'après avoir atteinte la température d'opération.

La pompe à vide peut déjà être utilisée pendant la congélation si la vanne régulatrice de pression est fermée. La pompe à vide doit être préchauffée pendant15 minutes au minimum, il faut donc la mettre en service 15 minutes avant le début de la dessiccation primaire.

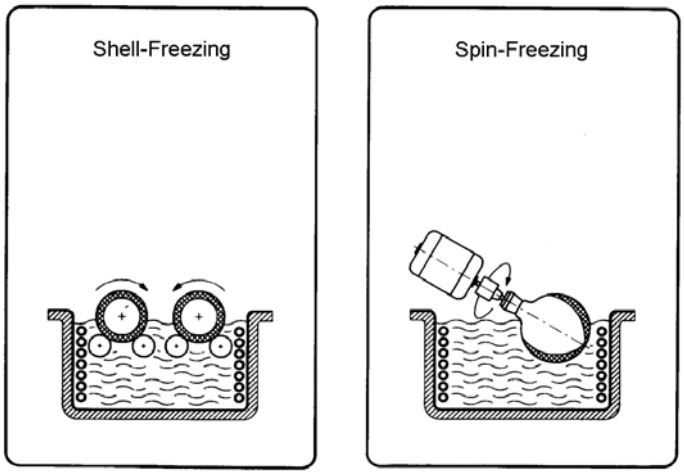
Il se peut que le vide dans le piège ou dans la chambre de dessiccation augmente lors de la dessiccation primaire bien que la vanne de la pompe à vide soit fermée (par exemple de 0,63mbar à 0,47mbar). Cet effet se ramène physiquement à l'effet de pompage du condenseur (« cryo-pumping-effect »).

2.3. Congélation

La congélation de petites quantités de produit est effectuée dans le piège du **GAMMA 1-16 LSC / GAMMA 2-16 LSC**. Les quantités plus importantes sont pré-congelées dans un congélateur.

Pour lyophiliser des liquides dans des bouteilles avec une épaisseur de couche supérieure à 1 cm, nous conseillons d'effectuer une pré-congélation dans un appareil de congélation par rotation (« Shell Freezing » ou centrifugation (« Spin Freezing ») dans un bain réfrigérant (voir l'image). Du fait de la force centrifuge, le liquide à congeler remonte le long des parois de la bouteille et gèle. Avec cette procédure de congélation,

l'épaisseur de la couche est réduite et la durée de lyophilisation totale s'en trouve par conséquent considérablement écourtée.



La congélation dans l'appareil n'est pas nécessaire si le produit est pré-congelé ou conservé dans un congélateur par exemple. Dans ce cas, surtout pour la lyophilisation de petites quantités, il est conseillé de pré-réfrigérer les plateaux afin d'éviter une décongélation partielle pendant la mise sous vide.

Les éventuels résidus d’eau doivent être retirés du piège. Fermer la vanne de vidange et la vanne d’aération.

Graisser le bouchon rodé de la chambre de dessiccation avec de la graisse à vide !

L'épaisseur de la couche de produit ne doit pas dépasser 1 à 2 cm pour ne pas affecter la durée du processus de lyophilisation.

2.4. Dessiccation primaire

Mettre en marche la pompe à vide.

Commentaire :

Il est possible que des produits contenant par exemple des solvants ou présentant des concentrations salines élevées dégèlent pendant la lyophilisation (le produit mousse). Dans ce

cas, il faut congeler les produits à des températures les plus basses possibles, par exemple dans l'azote liquide.

Attention :

Les produits acides ou contenant une forte concentration en solvant ne peuvent pas être lyophilisés sans mesures de protection et dispositifs spéciaux, comme par exemple un piège refroidit à l'azote liquide pour protéger la pompe à vide (en cas de doute, demander des informations auprès du fabricant). Il est aussi possible d'utiliser une pompe à vide hybride présentant une meilleure résistance chimique (par exemple RC-5).

L'utilisation d'azides demande des mesures de sécurité particulières car un explosif dangereux se forme en présence de cuivre ou de métaux non ferreux ! Il est absolument indispensable de consulter le fabricant !

Dès que la sublimation de la vapeur d'eau du produit congelé commence, la chaleur est extraite et par conséquent le produit continue à refroidir.

La vitesse de sublimation maximale est atteinte au début de la lyophilisation.

Suivant la vitesse de sublimation, la température du condenseur et donc la pression de la chambre de dessiccation ou du piège augmente.

La durée de la phase de dessiccation primaire dépend principalement de :

- l'épaisseur de la couche de produit,
- la quantité de matière solide présente dans le produit,
- la chaleur fournie au produit pendant la lyophilisation,
- la pression à l'intérieur de la chambre de dessiccation pendant la lyophilisation.

La vitesse de sublimation augmente avec une augmentation de la pression (pas du vide !), ce qui écourte la durée de la lyophilisation.

La vapeur d'eau générée pendant la dessiccation primaire n'est pas aspirée par la pompe à vide, elle est collectée par le condenseur.

La fonction de la pompe à vide est d'abaisser la pression partielle des gaz non condensables pour que la vapeur d'eau puisse être déplacée du produit vers le condenseur.

De petites quantités de vapeur d'eau peuvent cependant être aspirées par la pompe à vide. C'est pour cela que la pompe à vide est équipée d'un lest d'air.

Si le lest d'air est ouvert, les vapeurs condensables extraites sont refoulées par le tuyau d'échappement avec l'air.

Le lest d'air doit pour cette raison rester ouvert pendant la dessiccation primaire !

Le lest d'air peut seulement être fermé pendant la dessiccation secondaire car il y a alors à peine de production de vapeur d'eau.

Pendant la dessiccation primaire, l'humidité est extraite par sublimation, alors qu'elle est enlevée par désorption pendant la dessiccation secondaire.

Cette petite quantité de vapeur d'eau émise pendant la dessiccation secondaire peut être éliminée par la pompe à vide même si le lest d'air est fermé (pendant plusieurs heures).

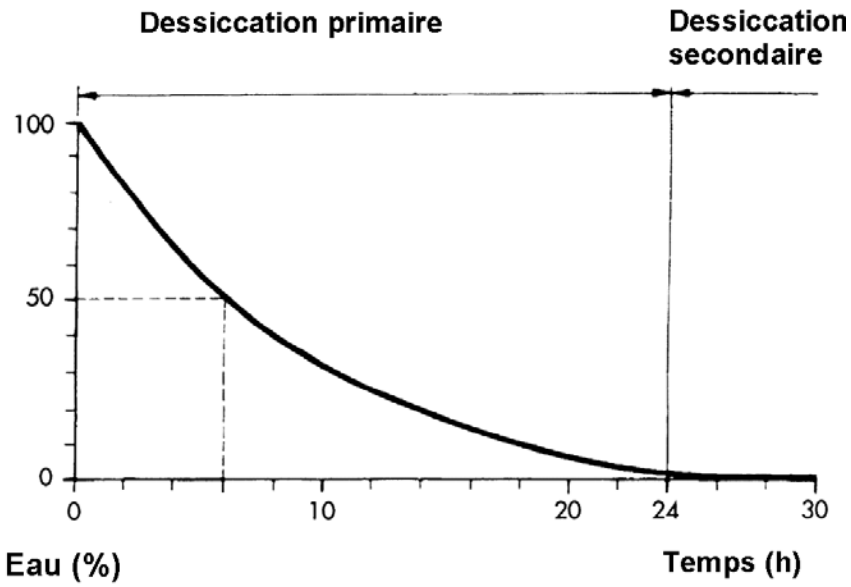
En général, il n'est pas nécessaire de fermer le lest d'air pendant le fonctionnement. La pompe à vide recommandée atteint avec le lest ouvert une pression finale correspondant à la pression partielle de vapeur d'eau pouvant être atteinte.

L'humidité résiduelle dans le produit sec dépend essentiellement :

- de la température du produit séché pendant la dessiccation secondaire,
- du vide final atteint pendant la dessiccation secondaire.

La fin de la phase de dessiccation primaire est atteinte lorsque la température du produit est presque la même que la température des plateaux (différence de température entre le plateau et le produit de 3K à 5K environ). Pour retirer l'eau liée par adsorption du produit, démarrer la phase de dessiccation secondaire.

La figure suivante illustre le processus de lyophilisation d'un produit contenant environ 10% de matière solide. Pendant le premier quart de la phase de dessiccation primaire, 50% du contenu en eau est extrait. Pendant le deuxième quart de la phase de dessiccation primaire, 50% du contenu en eau résiduel est extrait. Ceci continue jusqu'à ce que la courbe approche asymptotiquement de l'axe du temps. Cette courbe de dessiccation type est due au fait que la zone de sublimation recule dans le produit et que la vapeur d'eau qui reste à extraire doit traverser les couches déjà asséchées. La résistance interne augmente pendant le processus de lyophilisation. La courbe de dessiccation est par conséquent essentiellement déterminée par la chaleur latente de sublimation et la vitesse de transport de la vapeur d'eau. Afin d'augmenter les propriétés de conduction thermique spécifiques du produit à lyophiliser et de conserver le volume de vapeur d'eau aussi bas que possible, il est nécessaire que la lyophilisation se déroule aussi proche que possible du point de solidification (point eutectique).



La durée de lyophilisation dépend en grande partie du vide de lyophilisation. Plus le vide est proche du point de solidification conformément à la courbe de pression de vapeur sur glace, plus la durée de lyophilisation est courte.

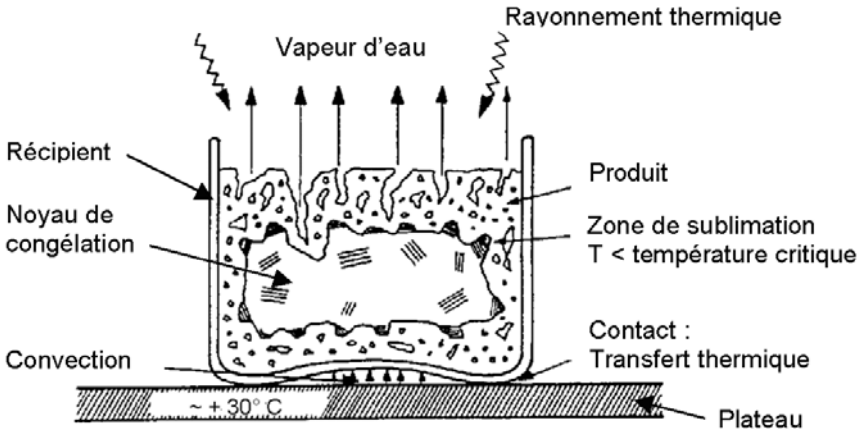
Corrélations intéressantes :

1,0	gramme de glace à		
1,0	mbar a un volume de	1	m^3 de vapeur
0,1	mbar a un volume de	10	m^3 de vapeur
0,01	mbar a un volume de	100	m^3 de vapeur

L’apport d'énergie pendant la lyophilisation

L'apport de chaleur nécessaire à la lyophilisation du produit se fait par conduction thermique directe dans la chambre de dessiccation, par courant de gaz ou par rayonnement. La conduction thermique et le courant de gaz sont les sources les plus habituelles de chaleur dans les lyophilisateurs contemporains. Les corrélations sont visibles sur le diagramme suivant.

Effets de la lyophilisation d'un produit dans une coupelle



La conduction thermique se fait par l'intermédiaire des plateaux chauffés, par contact direct par le fond des récipients et/ou par rayonnement thermique entre les plateaux et les récipients ou le produit.

Au début de la sublimation, la conduction thermique par l'intermédiaire des parois du récipient vers le produit congelé est très efficace. Cependant, une couche exempte de glace, poreuse et sèche se forme rapidement et présente un gradient de température entre la paroi du récipient et le produit. La faible conductivité thermique du produit déjà sec peut entraîner une augmentation de température au centre de la glace. Si la température du noyau augmente au-dessus de la température de solidification, le produit commence à décongeler. Ceci s'applique spécialement aux produits non homogènes et aux épaisseurs de couche importantes. Pendant cette phase de lyophilisation, il est important de réguler l'apport de chaleur et de réguler avec précision la température et la pression.

2.5. Dessiccation secondaire

La pression finale dans la chambre de dessiccation dépend de la température du condenseur conformément à la courbe de pression de vapeur sur glace:

Par exemple 1,030 mbar correspond à -20°C

0,370 mbar correspond à -30°C

0,120 mbar correspond à -40°C

0,040 mbar correspond à -50°C

0,011 mbar correspond à -60°C

L'appareil est en état de fonctionnement quand la température du condenseur est inférieure à -50°C et quand la pression est inférieure à 0,120 mbar.

Lorsque l'appareil ne contient pas de produit, cette différence est principalement due au fait que la pression finale dans le système est déterminée par l'endroit le plus chaud de la glace du

condenseur. De plus, cette différence est affectée par les résidus ou les solvants présents dans le produit montrant une tension de vapeur plus élevée.

2.6. Fin de la lyophilisation et aération

Le vide et la température du condenseur peuvent donner une indication sommaire de la fin de la lyophilisation. Le condenseur n'est plus chargé et atteint une température finale d'environ -55°C ou -85°C. La pression dans la chambre de dessiccation diminue du fait de la température du condenseur.

La fin de la lyophilisation est également atteinte quand la température du produit et celle du plateau sont clairement supérieure à 0°C (15 à 20°C) et quand elles ne diffèrent pas l'une de l'autre de plus de 5K.

La pompe à vide est arrêtée et la chambre de dessiccation est aérée avec un robinet en caoutchouc ou la vanne d'aération. Au lieu d'air, l'appareil peut aussi être rempli d'azote ou d'un autre gaz inerte par la vanne d'aération.

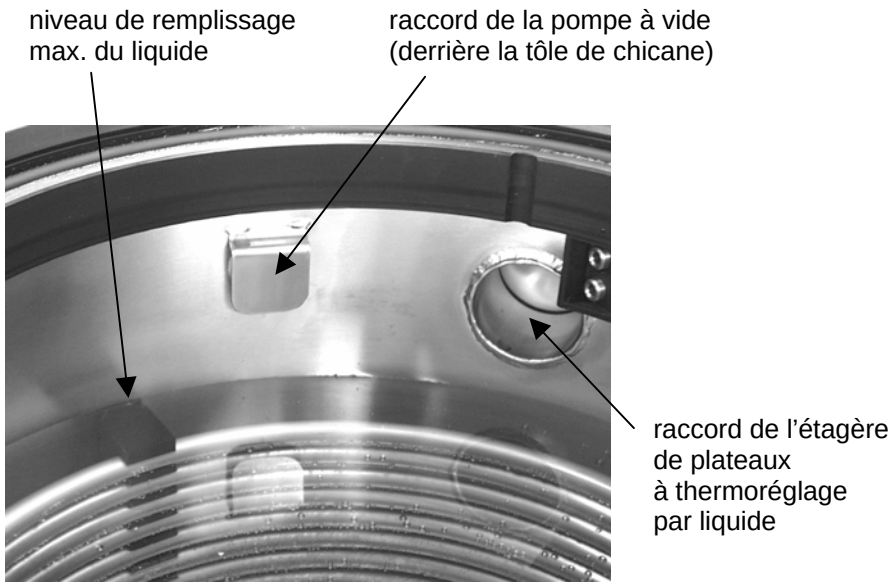
Mettre ensuite l'appareil hors tension et retirer le produit.

2.7. Dégivrage

Le dégivrage du condenseur se fait à température ambiante ou avec de l'eau chaude. Le piège du condenseur doit être au maximum rempli d'eau à la moitié de sa contenance.

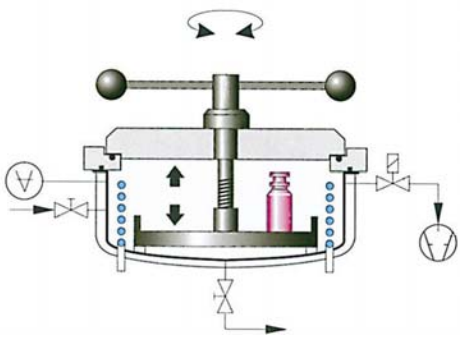
Pendant le dégivrage du condenseur avec de l'eau (chaude) il est important que l'eau n'entre pas dans la connexion du tuyau de la pompe à vide ni dans le capteur de vide (voir l'image).

Les condensats sont vidangés par la vanne de vidange du côté gauche de l'appareil. Pour cela, connecter un tuyau sur le raccord. Collecter les condensats dans un récipient.


niveau de remplissage max. du liquide
raccord de la pompe à vide (derrière la tôle de chicane)
raccord de l'étagère de plateaux à thermoréglage par liquide

3. Description des processus de lyophilisation

3.1. Congélation et dessiccation à l'intérieur du piège du condenseur (processus A) sur un plateau thermorégulé



Retirer les éventuels résidus d'eau du piège. Ouvrir la vanne de vidange pour vidanger l'eau résiduelle. Essuyer le piège pour le sécher si nécessaire.

Afin de pré-réfrigérer le condenseur et de préchauffer la pompe à vide, activer le groupe frigorifique et la pompe à vide dans le système de contrôle de l'appareil. La vanne est fermée pendant le préchauffage de la pompe à vide. Pour les appareils qui ne sont pas équipés d'une vanne régulatrice de pression électromagnétique, il est conseillé d'utiliser une vanne d'arrêt manuelle. Autrement, il faut renoncer au préchauffage de la pompe à vide.

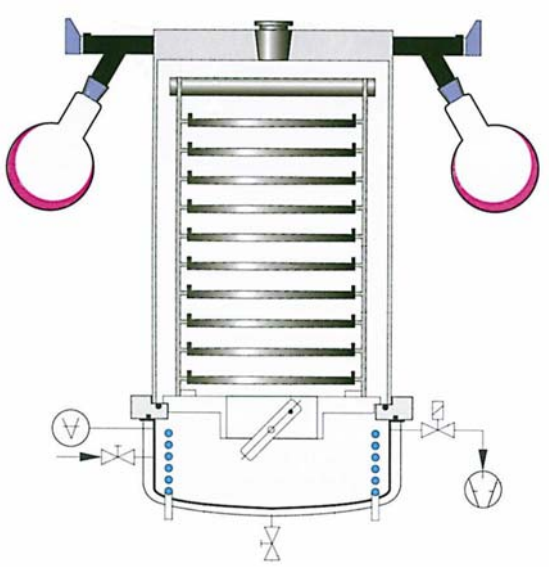
Avec le système de bouchage (option), l'utilisateur peut boucher des flacons d'injection sous vide ou sous gaz inerte dans le piège avec des bouchons en caoutchouc rainurés. Pour cela, les plateaux sont déplacés les uns contre les autres par une plaque d'appui à l'aide d'une broche. (Lors d'une dessiccation à l'intérieur du piège, 2 plateaux peuvent être utilisés au maximum, et 4 plateaux au maximum lors d'une dessiccation à l'extérieur du piège.)

Lorsque la lyophilisation est terminée, tourner le levier de la tige rotative vers la droite jusqu'à ce qu'on puisse sentir une résistance.

Pour boucher les flacons, le plateau doit être complètement rempli. Pour les petites quantités, disposer uniformément au moins trois pièces intercalaires sur le plateau (en fonction de la hauteur des flacons avec bouchon en caoutchouc inséré).

Des pièces intercalaires appropriées sont disponibles sur demande.

3.2. Congélation à part et dessiccation à l'extérieur du piège du condenseur (processus B) sur des plateaux chauffants



Il est aussi possible de réaliser la dessiccation à l'extérieur du piège du condenseur. Pour ce processus, le produit est d'abord congelé, par exemple dans un congélateur.

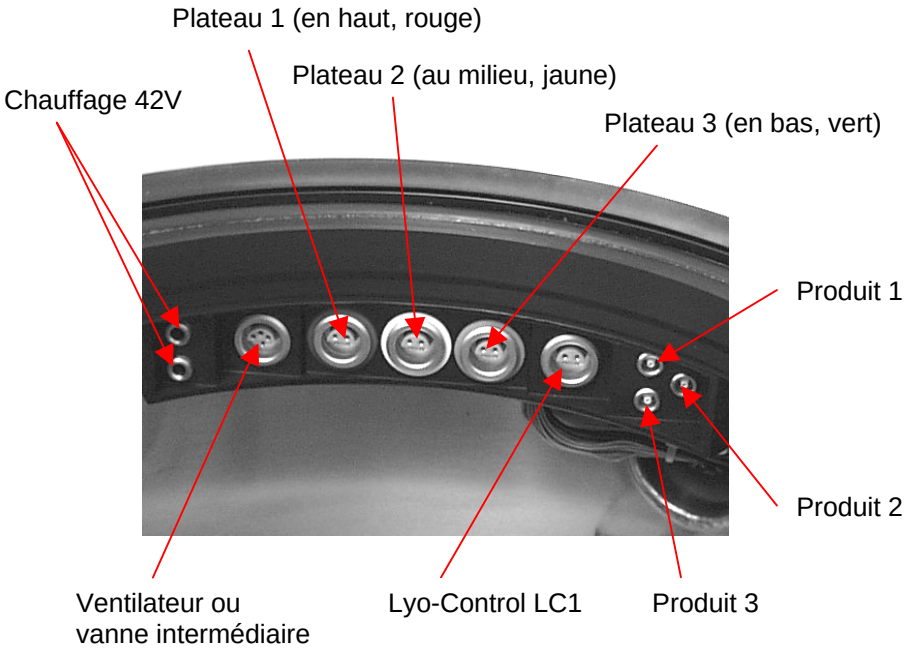
Retirer les éventuels résidus d'eau du piège. Ouvrir la vanne de vidange pour vidanger l'eau résiduelle. Essuyer le piège pour le sécher si nécessaire.

Afin de pré-réfrigérer le condenseur et de préchauffer la pompe à vide, activer le groupe frigorifique et la pompe à vide dans le système de contrôle de l'appareil. La vanne est fermée pendant le préchauffage de la pompe à vide. Pour les appareils qui ne sont pas équipés d'une vanne régulatrice de pression électromagnétique, il est conseillé d'utiliser une vanne d'arrêt manuelle. Autrement, il faut renoncer au préchauffage de la pompe à vide.

Déposer l'étagère sur la plaque de base ou sur la vanne intermédiaire avec plaque de base. Pour les petits échantillons, il est conseillé de pré-réfrigérer les plateaux afin d'éviter une décongélation partielle pendant le processus de mise sous vide.

Les plateaux sont alimentés en courant de chauffage par deux câbles de connexion équipés de fiches bananes. Les câbles de connexion sont enfichés dans les deux douilles de la traversée électrique et dans les trous prévus à l'étagère ou au système de bouchage.

Pour le réglage de la température des plateaux, il est nécessaire de connecter **un plateau** équipé d'un capteur. La fiche du plateau équipé d'un capteur est enfichée dans la douille de la traversée électrique étanche au vide.



La puissance calorifique est la même pour tous les plateaux. Il n'est pas possible de considérer les différents besoins en chaleur des plateaux supérieur et inférieur. De petits écarts de température sont donc inévitables.

La dessiccation primaire est le premier pas pour la congélation à part et la dessiccation à l'extérieur du piège du condenseur. La pompe à vide est activée et préchauffée si l'appareil est équipé d'une vanne régulatrice de pression.

Insérer les plateaux avec les échantillons congelés et fermer ensuite l'appareil avec la chambre de dessiccation.

Activer la phase « dessiccation primaire » dans le système de contrôle. La vanne régulatrice de pression s'ouvre et la dessiccation primaire commence.

Le système de contrôle active le chauffage pour les plateaux après que la pression limite du chauffage ai été atteinte. Le chauffage reste actif jusqu'à ce que la valeur de consigne de température pour le plateau soit atteinte.

3.3. Congélation à part et dessiccation à l’extérieur du piège du condenseur (processus B) avec système de bouchage

Retirer les éventuels résidus d’eau du piège. Ouvrir la vanne de vidange pour vidanger l’eau résiduelle. Essuyer le piège pour le sécher si nécessaire.

Afin de pré-réfrigérer le condenseur et de préchauffer la pompe à vide, activer le groupe frigorifique et la pompe à vide dans le système de contrôle de l’appareil. La vanne est fermée pendant le préchauffage de la pompe à vide. Pour les appareils qui ne sont pas équipés d’une vanne régulatrice de pression électromagnétique, il est conseillé d’utiliser une vanne d’arrêt manuelle. Autrement, il faut renoncer au préchauffage de la pompe à vide.

Déposer l’étagère sur la plaque de base ou sur la vanne intermédiaire avec plaque de base.

Avec le système de bouchage, l’utilisateur peut boucher des flacons d’injection sous vide ou sous gaz inerte avec des bouchons en caoutchouc rainurés sur 1 à 2 plateaux, respectivement sur 1 à 4 plateaux selon le type d’appareil. Pour cela, les plateaux sont déplacés les uns contre les autres par une plaque d’appui à l’aide d’une broche.

L'utilisateur doit ajuster la hauteur de la plaque d'appui en fonction de la hauteur des flacons. Retirer la vis de réglage de la hauteur. Visser la tige filetée dans le plateau inférieur jusqu'à ce que la tête fendue de la tige filetée soit à niveau avec l’étagère (bord supérieur).

Serrer ensuite la plaque d’appui avec la vis de réglage de façon à ce qu’elle repose sur ou reste légèrement au-dessus du bouchon en caoutchouc. En cas d’utilisation de plusieurs plateaux, chaque plateau est également placé directement ou immédiatement au-dessus des bouchons en caoutchouc, comme la plaque d’appui.

A la place du bouchon, insérer la tige rotative étanche au vide dans l’orifice standard rodé de la chambre de dessiccation. Avant de l'insérer, graisser la surface rodée de la tige avec de la graisse à vide.

Lorsque la dessiccation est terminée, tourner le levier de la tige rotative vers la droite jusqu’à ce qu’on puisse sentir une résistance.

Pour boucher les flacons, les plateaux doivent être complètement remplis. Pour les petites quantités, disposer uniformément au moins trois pièces intercalaires sur chaque plateau (en fonction de la hauteur des flacons avec bouchon en caoutchouc inséré).

Des pièces intercalaires appropriées sont disponibles sur demande.

3.4. Congélation à part et dessiccation de liquides dans des ballons (processus B)

Retirer les éventuels résidus d'eau du piège. Ouvrir la vanne de vidange pour vidanger l'eau résiduelle. Essuyer le piège pour le sécher si nécessaire.

Afin de pré-réfrigérer le condenseur et de préchauffer la pompe à vide, activer le groupe frigorifique et la pompe à vide dans le système de contrôle de l'appareil. La vanne est fermée pendant le préchauffage de la pompe à vide. Pour les appareils qui ne sont pas équipés d'une vanne régulatrice de pression électromagnétique, il est conseillé d'utiliser une vanne d'arrêt manuelle. Autrement, il faut renoncer au préchauffage de la pompe à vide.

Pour la dessiccation à l'extérieur du piège du condenseur, plusieurs différents manifolds et chambres de dessiccation montables et compatibles avec les robinets en caoutchouc sont disponibles (voir le catalogue d'accessoires). Installer la chambre de dessiccation avec des raccords pour des robinets en caoutchouc directement sur le joint d'étanchéité dans la plaque de base. Connecter les manifolds avec joints rodés standards NS 45/40 par l'intermédiaire de l'orifice rodé du couvercle acrylique.

Pour assurer une connexion étanche au vide et pour simplifier le retrait des accessoires, graisser légèrement les surfaces rodées avant utilisation avec de la graisse à vide. Mettre ensuite l'accessoire en question en place et tourner de 360° pour distribuer uniformément la graisse.

Avant toute utilisation ultérieure, il est nécessaire de nettoyer et graisser les surfaces rodées.

Avant de commencer la dessiccation, il est nécessaire de vérifier que toutes les vannes sont fermées.

Activer la phase « dessiccation primaire » dans le système de contrôle. La vanne régulatrice de pression s'ouvre et la dessiccation primaire commence.

Attention :

Ne pas connecter les échantillons congelés aux robinets avant d'avoir atteint une pression inférieure à 1,030 mbar.

Congeler les liquides dans des ballons suivant le principe de la congélation par rotation (« Shell-Freezing »), manuellement ou avec un appareil rotatif. Du fait de ce processus de congélation, l'épaisseur de la couche est réduite et la durée de lyophilisation s'en trouve considérablement écourté.

La plupart des manifolds et robinets disponibles permettent une connexion et un retrait des ballons en continu pendant le processus de lyophilisation. Chaque robinet est équipé d'une vanne d'arrêt et d'une vanne d'aération.

Si les robinets en caoutchouc ou en acier spécial se grippent, ils doivent être démontés, nettoyés, légèrement graissés avec de la graisse à vide et remontés.

Il est possible de connecter à chaque robinet en caoutchouc un distributeur pour 15 ampoules.

Avec un distributeur, 15 ampoules au maximum peuvent être simultanément congelées dans le bain réfrigérant et connectées sur le manifold.

3.5. Congélation à part et dessiccation de liquides dans des ampoules (processus B)

Afin de pré-réfrigérer le condenseur et de préchauffer la pompe à vide, activer le groupe frigorifique et la pompe à vide dans le système de contrôle de l'appareil. La vanne est fermée pendant le préchauffage de la pompe à vide. Pour les appareils qui ne sont pas équipés d'une vanne régulatrice de pression électromagnétique, il est conseillé d'utiliser une vanne d'arrêt manuelle. Autrement, il faut renoncer au préchauffage de la pompe à vide.

Le manifold est équipé de bouchons pour connecter un maximum de 48 ampoules afin de pouvoir le mettre sous vide à l'avance.

Installer sur le milieu du premier tuyau la pince pour tuyaux fournie et retirer le bouchon. Le vide est maintenu dans le système.

Congeler le liquide dans l'ampoule, soit dans un congélateur, soit par rotation dans un bain réfrigérant.

Si une congélation ultrarapide est nécessaire, nous conseillons de congeler l'échantillon dans l'azote liquide ou dans un bain réfrigérant.

Connecter ensuite l'ampoule sur le tuyau et enlever la pince pour tuyaux. Cela permet d'abaisser subitement la pression partielle dans l'ampoule et par conséquent d'éviter une décongélation partielle pendant la mise sous vide.

Avec cette procédure, l'utilisateur peut connecter une ampoule après l'autre.

Le scellement des ampoules se fait de la même façon. Le tuyau de l'ampoule à sceller est pincé et l'ampoule est scellée sous vide à l'aide d'un chalumeau.

Si l'ampoule se brise pendant le scellement, le vide de la chambre de dessiccation n'est pas affecté car le tuyau est fermé avec la pince.

Retirer le verre restant de l'ampoule et fermer le tuyau avec un bouchon.

Les ampoules peuvent ainsi être scellées une après l'autre ou de nouvelles ampoules peuvent être raccordées.

4. Installation et mise en service

4.1. Emplacement

AVERTISSEMENT ! Ne pas placer des papiers, des torchons ou des objets similaires derrière l'appareil car cela empêcherait la circulation d'air du l'échangeur thermique.

Positionner le lyophilisateur horizontalement. La température ambiante doit être entre +10°C min. et +32°C max.

Le compresseur de réfrigération du lyophilisateur est refroidi par air. Une circulation d'air suffisante est nécessaire. Respecter une distance minimale de 30 cm du mur. Ne pas installer l'appareil à proximité de radiateurs ou de sources de chaleur et éviter l'exposition directe au soleil.

En cas d'une circulation d'air insuffisante ou d'une température ambiante excessive, la pression et la température augmentent dans le système de réfrigération. En cas d'un dépassement de la pression de service admissible, le système de réfrigération peut tomber en panne.

Les connexions suivantes sont nécessaires sur l'emplacement d'installation:

4.2. Raccordement au secteur

La tension de régime sur la plaque signalétique doit correspondre à la tension du secteur.

Les lyophilisateurs CHRIST sont des appareils de classe de sécurité I. Les appareils **GAMMA 1-16 LSC / GAMMA 2-16 LSC** sont équipés d'un câble de connexion à trois conducteurs de 230V c.a. et d'une fiche de prise de courant de sécurité.

4.3. Fusibles

Le lyophilisateur doit être protégé par un fusible de 16 A.

4.4. Contrôle du conducteur de protection

Une vis d'équilibrage de potentiel est située sur le panneau arrière du lyophilisateur. Le contrôle du conducteur de protection peut se faire à l'aide d'un appareil de mesure approprié.

4.5. Aération

Utiliser la vanne d'aération qui est située en haut sur le panneau gauche de l'appareil pour aérer le piège.

Pour fermer, par exemple, des bouteilles de pénicilline sous azote au lieu du vide, utiliser l'embout de la vanne d'aération pour remplir le piège d'azote.

ATTENTION ! Surpression max. 0,2bar !

4.6. Condensat et eau de dégivrage

Les condensats et l'eau de dégivrage sont vidangés par la vanne de vidange en bas sur le côté gauche de l'appareil. Pour vidanger les condensats et l'eau de dégivrage, placer le tuyau fourni dans l'embout. Récupérer les condensats et l'eau de dégivrage dans un récipient.

Les condensats et l'eau de dégivrage peuvent également être vidangés directement par le tuyau. Les condensats et l'eau de dégivrage doivent pouvoir s'écouler librement. Le tuyau doit pour cela présenter une pente descendante régulière. Vérifier qu'aucune quantité d'eau ne reste dans le tuyau. L'extrémité du tuyau doit toujours se trouver au-dessus du niveau du liquide dans le récipient de récupération. Cela élimine le risque d'aspiration d'eau et de résidus sales dans le piège en cas de présence de vide lors de l'ouverture de la vanne de vidange.

4.7. Gaz d'échappement de la pompe à vide

La pompe à vide qui se trouve à part doit fonctionner avec la vanne de lest d'air ouverte pendant la dessiccation primaire. Normalement, les gouttelettes d'huile résultantes doivent être retenues dans un filtre d'échappement ou évacuées.

Raccorder un tuyau de ½" sur la bride d'échappement de la pompe à vide RZ-2 ou RC-5 et un tuyau de ¾" sur la bride d'échappement de la pompe à vide DUO 5 ou DUO 10. Diriger le tuyau vers l'air libre ou vers une évacuation.

Installer le tuyau de façon à ce qu'un retour de résidus de condensation vers la pompe soit impossible. Avec des conduites

ascendantes, il est préférable d'utiliser un séparateur (flacon de Woulfe ou bouteille de lavage) dans le tuyau.

Nous conseillons d'installer un filtre d'échappement (séparateur de gouttelettes d'huile). Le filtre empêche la pollution de l'air par des gouttelettes d'huile émises par la pompe dans des quantités dépendantes de la pression de fonctionnement.

Le filtre est installé sur la petite bride de connexion de la pompe à vide.

Le filtre est équipé d'une soupape de surpression qui indique la saturation du filtre. Nettoyer ou remplacer la cartouche de filtre au plus tard lorsque la soupape de surpression est activée. L'huile collectée est visible à travers le verre de regard et peut être vidangée par la vis de vidange.

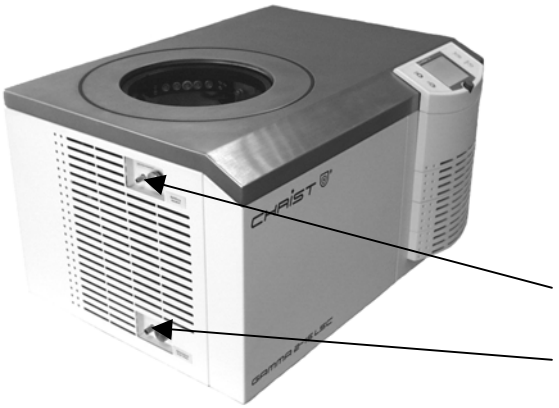
A partir de l’année 2004, la plupart des pompes à vide utilisées par CHRIST seront équipées d’un système automatique de retour d’huile qui retourne l’huile séparé dans le filtre d’échappement à la pompe. L’huile ne doit plus être transvasé manuellement.

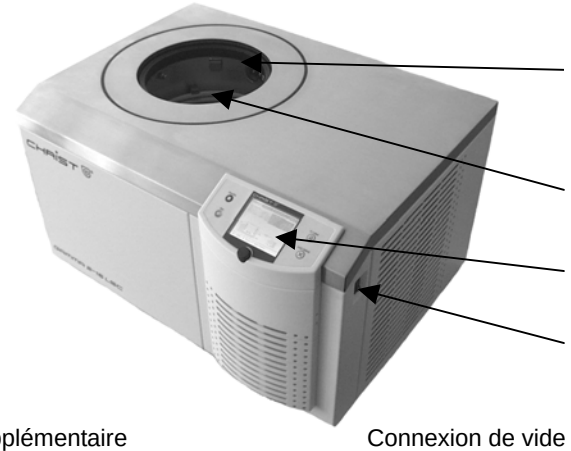
(Se référer au manuel d'utilisation de la pompe à vide !)

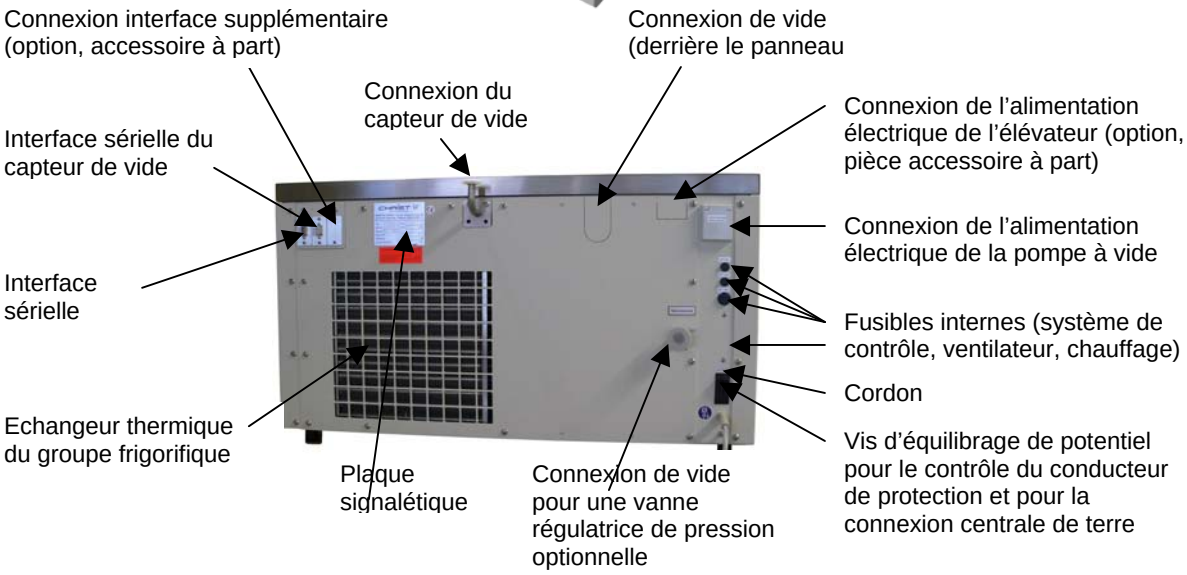
4.8. Mise en service initiale

ATTENTION! Vérifier que le lyophilisateur est correctement installé avant de le mettre en service (voir paragraphe 4.1 « Emplacement » et les paragraphes suivants).

4.8.1. Eléments de contrôle et composants fonctionnels






Connexion interface supplémentaire (option, accessoire à part)
Connexion de vide (derrière le panneau
Connexion du capteur de vide
Connexion de l'alimentation électrique de l'élévateur (option, pièce accessoire à part)
Interface sérielle du capteur de vide
Connexion de l'alimentation électrique de la pompe à vide
Interface sérielle
Fusibles internes (système de contrôle, ventilateur, chauffage)
Cordon
Vis d'équilibrage de potentiel pour le contrôle du conducteur de protection et pour la connexion centrale de terre
Echangeur thermique du groupe frigorifique
Plaque signalétique
Connexion de vide pour une vanne régulatrice de pression optionnelle

4.8.2. Raccordement du capteur de vide, de la pompe à vide et de la vanne régulatrice de pression

Schéma de processus

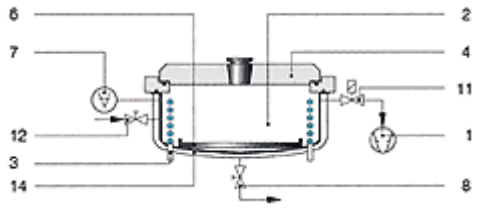


Fig. 1

Processus A (système à une chambre):

Congélation et séchage très soigneux des substances à bas point de congélation ou des substances thermolabiles sur un plateau refroidi dans le piège (voir Fig. 1).

Récipients de lyophilisation (exemples):

- cuvettes
- flacons d'injection (fermeture sous vide)

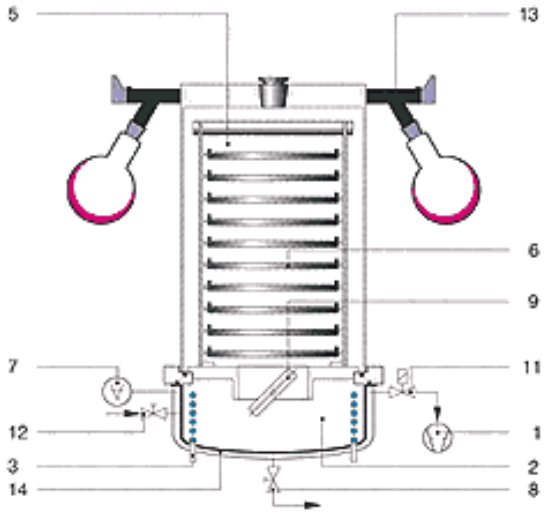


Fig. 2

Processus B (système à deux chambres):

Congélation séparée (par exemple dans un congélateur) et séchage à l'extérieur du piège (voir Fig. 2).

Récipients de séchage (exemples):

- cuvettes
- flacons d'injection (fermeture sous vide)
- ballons à fond rond, flacons à col large
- ampoules

1 Pompe à vide
2 Piège
3 Condenseur
4 Couvercle en verre
5 Chambre de dessiccation
6 Plateau chauffé
8 Vanne de vidange
9 Vanne intermédiaire actionnée par moteur
11 Vanne régulatrice de pression
12 Vanne d'aération
13 Robinet en caoutchouc

7 Capteur de vide 14 Isolation

Connecter les composants accessoires sur le lyophilisateur **GAMMA 1-16 LSC / GAMMA 2-16 LSC** conformément au schéma de montage. Respecter les instructions suivantes.

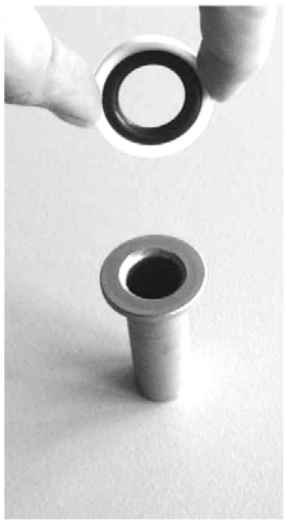
Utiliser les bagues de centrage et les brides de fixation avec écrous papillon pour les connexions (connexions à petites brides conformément à ISO 28403 respectivement DIN 2861, voir les instructions suivantes).

Instructions de raccordement des bagues de centrage et des brides de fixation :

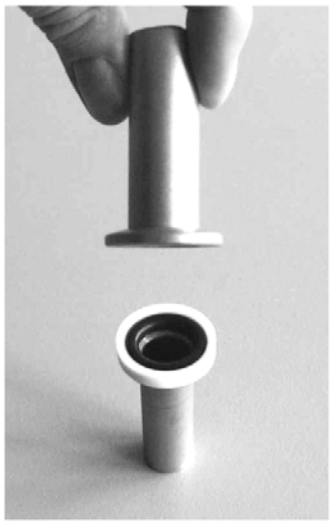
Des connexions à petites brides qui ne sont pas correctement montées causent souvent des problèmes de vide considérables.

Détacher la connexion et centrer la bague de centrage (avec bague d'étanchéité intérieure) entre les deux brides à connecter. Refermer la connexion avec la bride de fixation en serrant le papillon.

Vérifier que la bague de centrage reste dans la position correcte.

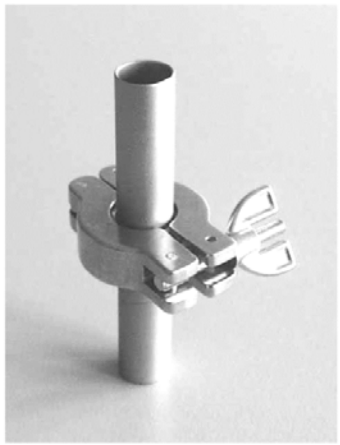


Petite bride et
bague de centrage



Petite bride avec bague de
centrage placée et petite bride

Montage de la bride de fixation

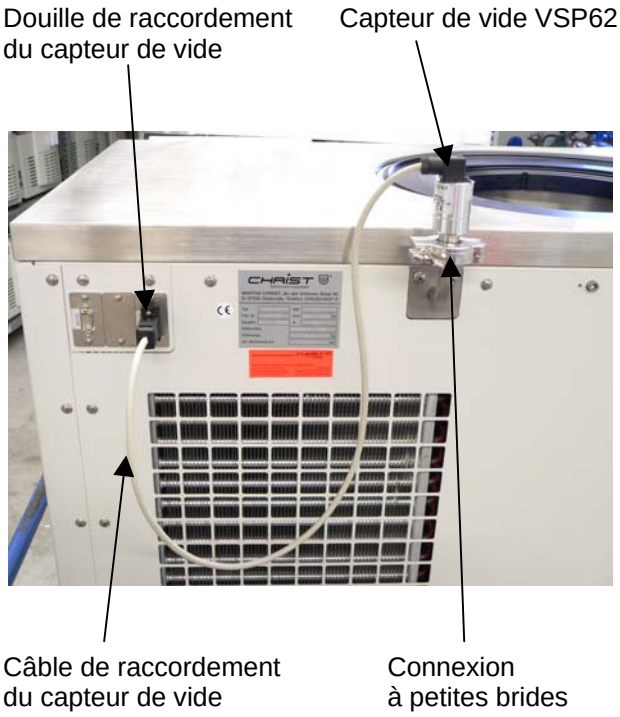


Serrage de la bride de fixation

Installation du capteur de vide VSP62

Raccorder le capteur de vide horizontalement à la connexion de vide située en haut sur le panneau arrière de l'appareil en utilisant une bague de centrage et une bride de fixation. Raccorder le câble de raccordement du capteur à la douille de raccordement sur le panneau arrière de l'appareil.

Après la mise en marche, le capteur de vide a besoin de quelques minutes pour atteindre la température de service.


Douille de raccordement du capteur de vide
Capteur de vide VSP62
Câble de raccordement du capteur de vide
Connexion à petites brides

Installation de la vanne régulatrice de pression

Si une vanne régulatrice de pression est disponible, elle est installée à l'usine entre l'appareil de lyophilisation et la pompe à vide.

Installation de la pompe à vide

Raccorder la pompe à vide à l’appareil et connecter le cordon de raccordement dans la prise sur le panneau arrière de l’appareil.

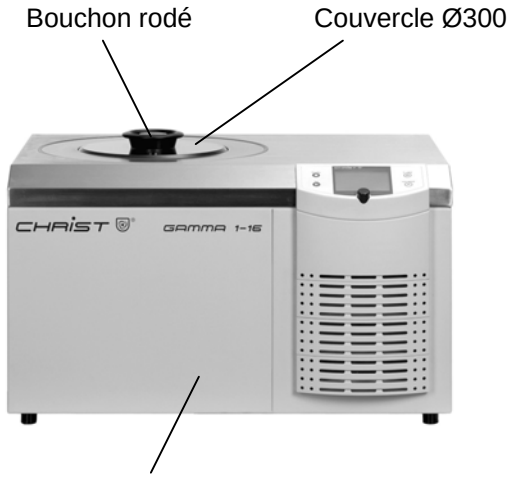
Les gaz d’échappement de la pompe à vide doivent être filtrés ou évacués.

4.8.3. Installation des composants accessoires

Les autres composants accessoires (par exemple les plateaux, les connexions pour des flacons à fond rond) seront complétés selon l'étendue de la fourniture.

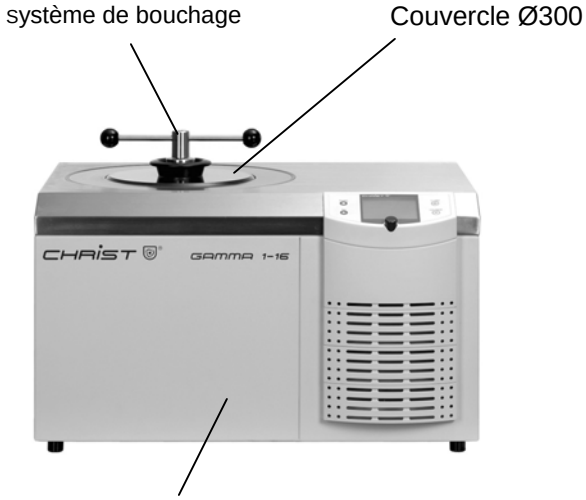
La chambre de dessiccation ou un couvercle doivent être placés sur le piège.

Composants accessoires



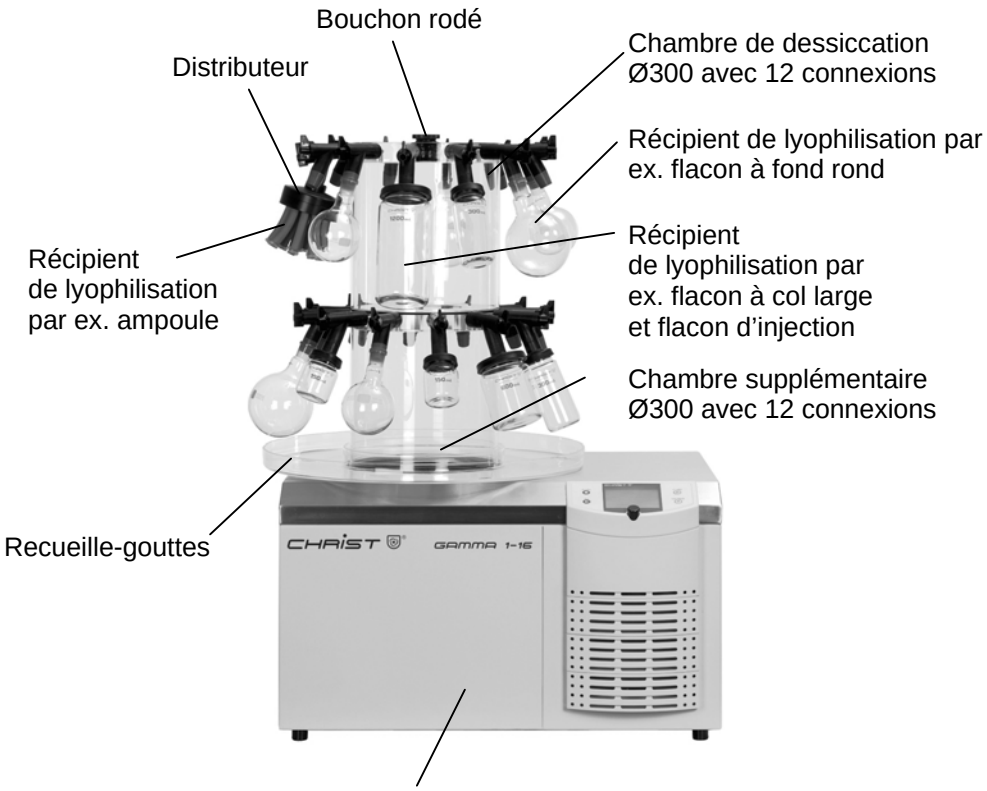
GAMMA 1-16 LSC
GAMMA 2-16 LSC

Congélation et dessiccation à l'intérieur du piège (processus A) sur 5 plateaux chauffés (Ø200mm, surface totale 0,155m^2, écart entre les plateaux 25mm – peut être varié en enlevant des plateaux)



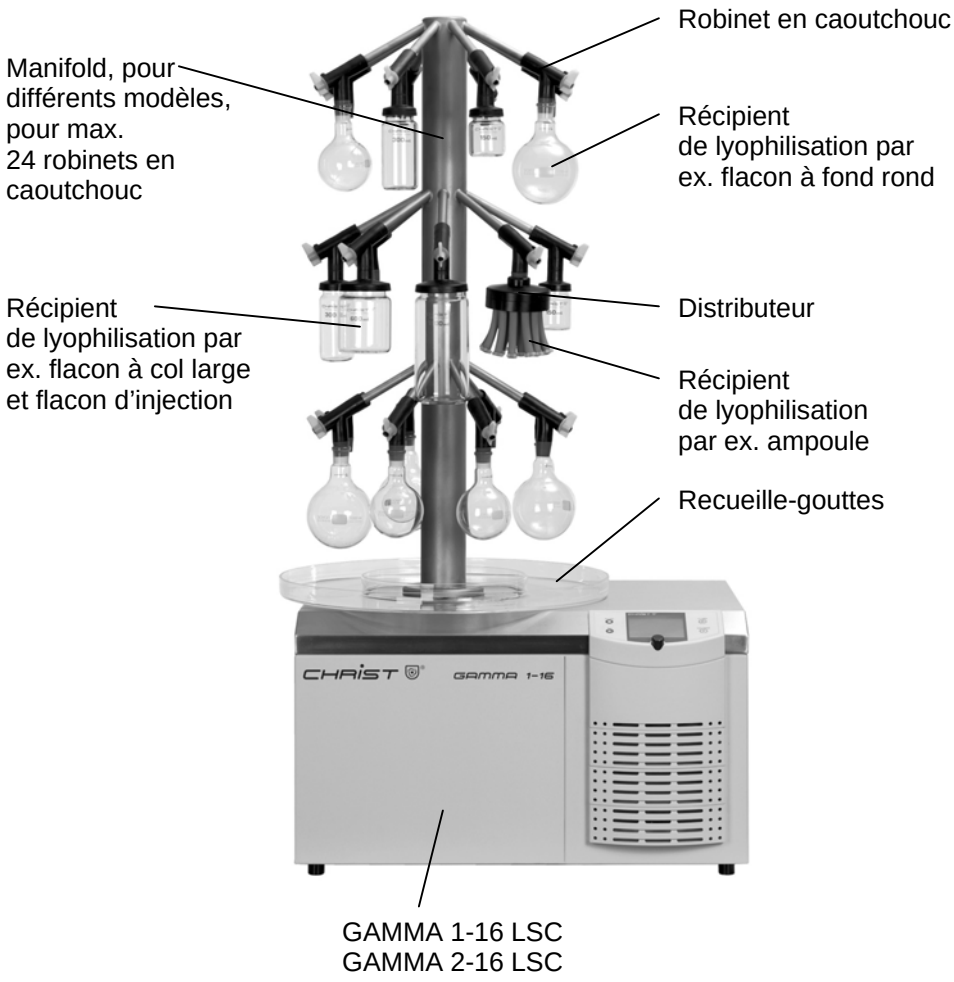
GAMMA 1-16 LSC
GAMMA 2-16 LSC

Congélation et dessiccation à l'intérieur du piège (processus A) sur 2 plateaux chauffés avec un dispositif de bouchage (Ø250mm, surface totale 0,09m^2, écart entre les plateaux 45mm – peut être augmenté jusqu'à 110mm en enlevant un plateau)

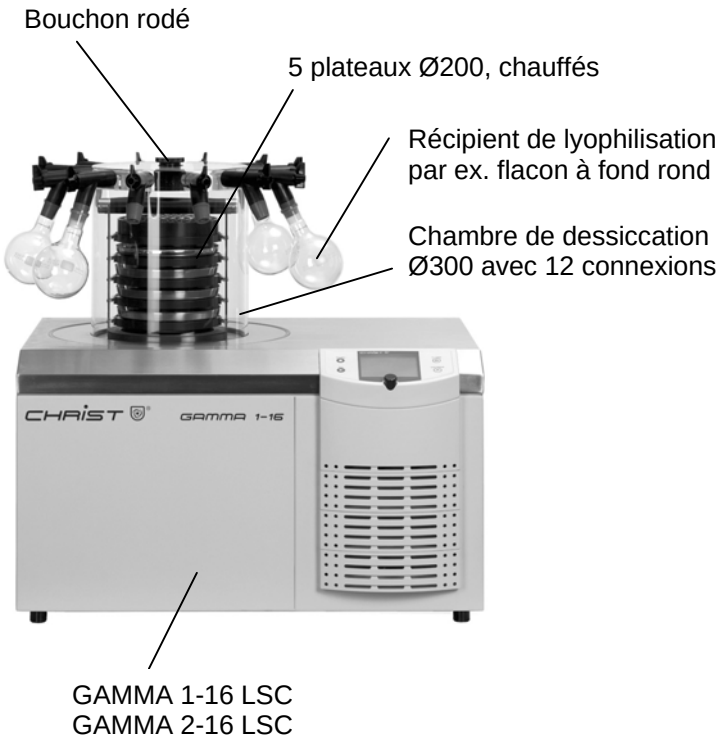


GAMMA 1-16 LSC
GAMMA 2-16 LSC

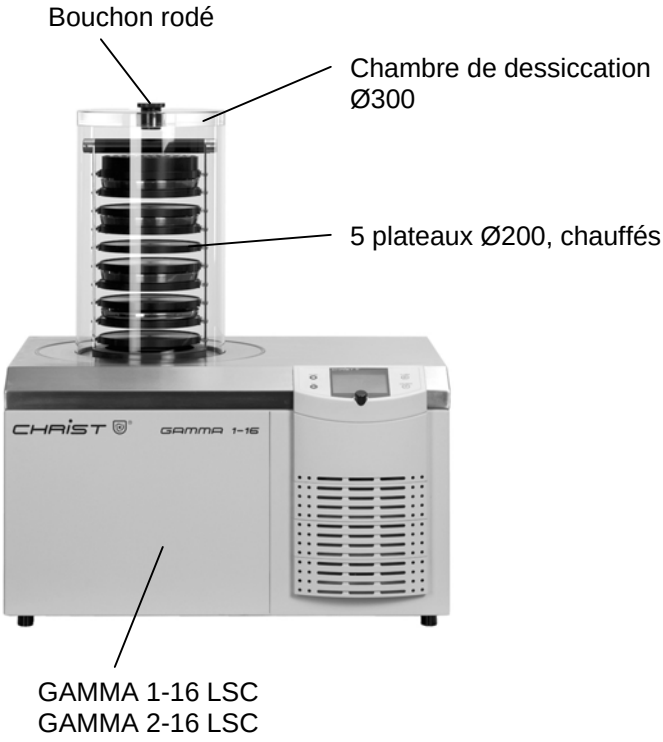
2 chambres de dessiccation avec 24 connexions pour des flacons à fond rond, des flacons à col large ou des distributeurs pour des ampoules


Robinet en caoutchouc
Manifold, pour différents modèles, pour max. 24 robinets en caoutchouc
Récipient de lyophilisation par ex. flacon à fond rond
Distributeur
Récipient de lyophilisation par ex. flacon à col large et flacon d'injection
Récipient de lyophilisation par ex. ampoule
Recueille-gouttes
CHRIST
GAMMA 1-16
GAMMA 1-16 LSC
GAMMA 2-16 LSC

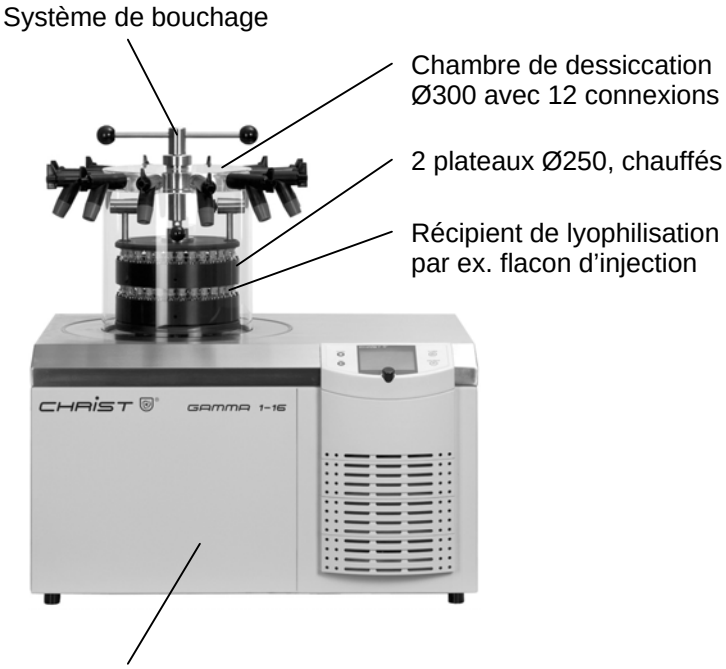
Manifold pour 24 flacons à fond rond, des flacons à col large ou des distributeurs pour ampoules, particulièrement approprié à la lyophilisation à la base des solvants.



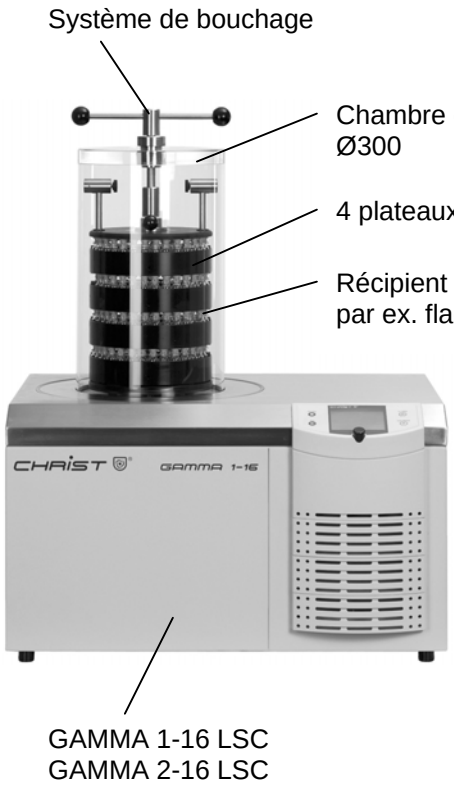
5 plateaux chauffés (Ø200mm, surface totale 0,155m^2, écart entre les plateaux 25mm – peut être varié en enlevant des plateaux), avec des connexions additionnelles pour 12 flacons à fond rond, des flacons à col large ou des distributeurs pour ampoules



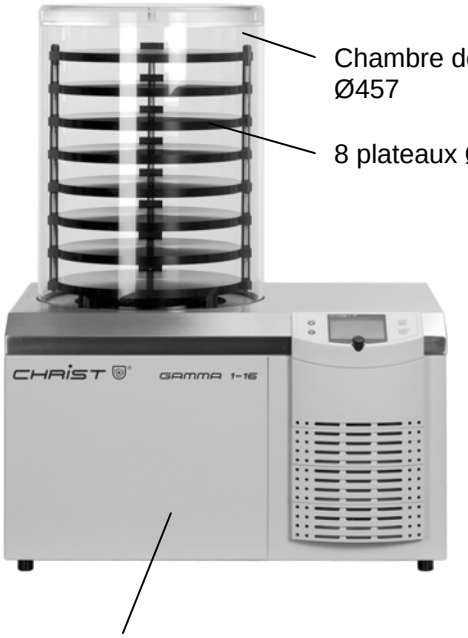
10 plateaux chauffés (Ø200mm, surface totale 0,31m^2, écart entre les plateaux 25mm – peut être varié en enlevant des plateaux)



2 plateaux chauffés avec un dispositif de bouchage (Ø250mm, surface totale 0,09m^2, écart entre les plateaux 45mm – peut être augmenté jusqu'à 110mm en enlevant un plateaux), avec des connexions additionnelles pour 12 flacons à fond rond, des flacons à col large ou des distributeurs pour ampoules



4 plateaux chauffés avec un dispositif de bouchage (Ø250mm, surface totale 0,18m^2, écart entre les plateaux 50mm – peut être varié jusqu'à 110mm en enlevant des plateaux)



8 plateaux chauffés (Ø375mm, surface totale 0,88m^2, écart entre les plateaux 48mm – des écarts plus grands sont disponibles sur demande)

4.8.4. Note concernant l’utilisation des robinets en caoutchouc

Le robinet en caoutchouc (numéro de commande 121860) peut être utilisé pour raccorder des flacons à col large, des ballons à fond rond et d’autres pièces accessoires à un manifold ou à une chambre de dessiccation.

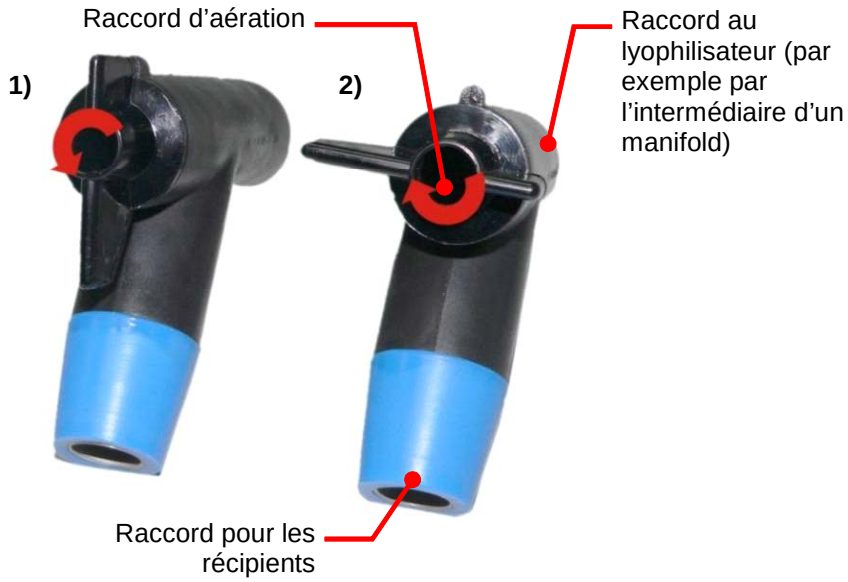


Fig. : 1) Raccord d’aération fermé, raccord pour les récipients ouvert
2) Raccord d’aération ouvert, raccord pour les récipients fermé

Le robinet a deux positions (voir l’illustration). On peut tourner le levier d’arrêt de sorte que l'équipement au raccord pour les récipients puisse être raccordé au lyophilisateur (1) ou aéré (2). Cela permet d'échanger des récipients pendant le processus.

4.8.5. Préparation de la lyophilisation

Fermer la vanne d’aération et la vanne de vidange sur le côté gauche de l’appareil.

Fermer les robinets en caoutchouc (si disponibles) à la chambre de dessiccation.

4.8.6. Mise en marche

Utiliser le commutateur d’alimentation situé sur le côté droit de l’appareil.

Le système de contrôle LSC effectue d’abord un contrôle automatique. Cela peut durer quelques secondes.

5. Système de contrôle LSC

5.1. Introduction

Le sigle LSC (Lyo Screen Control) est le nom de notre interface utilisateur graphique pour le contrôle des processus de lyophilisation. La commande à bouton unique « tourner & presser » permet une commande intuitive. Les données de processus les plus importantes sont représentées en tout détail dans un tableau ou dans un schéma synoptique de l'appareil très clair.

5.1.1. Le panneau de commande LSC

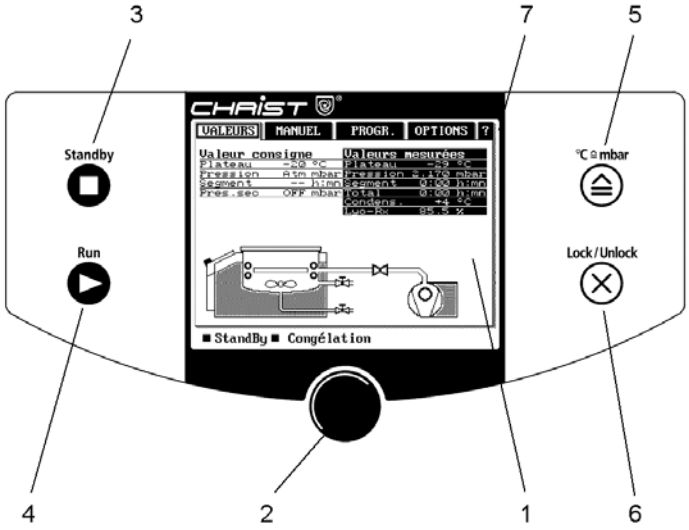


Fig. 1

1. Ecran à cristaux liquides ¼" VGA
2. Bouton « tourner & presser » ●
3. Touche de fonction « Standby » (« Veille ») ■
4. Touche de fonction « Run » (« Marche ») ▶
5. Touche de fonction « °C ≙ mbar » ⏏
6. Touche de fonction « Lock/Unlock » (« Bloquer/Débloquer ») ⊗
7. Fonction d'aide « ? »

5.1.2. Brève description de la commande

Le système de contrôle LSC peut être commandé à l'aide du bouton central « tourner & presser » ● et à l'aide des quatre touches de fonction ■ ▶ ⏏ ⊗ qui se trouvent sur les deux côtés de l'écran. Le bouton « tourner & presser » ● est l'élément de commande le plus important du système de contrôle. Tourner le bouton « tourner & presser » ● pour sélectionner une fonction du menu ou un paramètre dans la fenêtre. Appuyer ensuite sur le bouton « tourner & presser » ● pour activer la fonction sélectionnée. Pour l'entrée des paramètres (valeurs de consigne etc.), procéder de la même façon.

Les touches de fonction ■ ▶ ⏏ ⊗ ont les fonctions suivantes :

- « Standby » (« Veille ») ■
  Cette fonction met l'appareil en mode « veille », c'est-à-dire toutes les unités sont mises hors service. Cette fonction est toujours disponible. Normalement, elle est activée après la fin de la lyophilisation – avant l'aération manuelle.
- « Run » (« Marche ») ▶
  Cette fonction active la phase qui est présélectionnée dans le menu « Manuel ». En mode manuel, la transition entre les différentes phases est toujours réalisée dans l'état « marche ». Cette fonction n'est disponible que si tous les menus et fenêtres sont fermés.
- « °C ≙ mbar » ⏏
  Le tableau de conversion « pression de vapeur sur glace » est affiché dans une fenêtre prioritaire. Cette fonction n'est disponible que dans le schéma synoptique de l'appareil, dans les fenêtres de valeurs, dans le module de programmation ou pendant la modification des valeurs de consigne.
- « Lock/Unlock » (« Bloquer/Débloquer ») ⊗
  Les touches de fonction ■ ▶ ⏏ et le bouton « tourner & presser » ● sont bloqués, une opération non intentionnelle est donc évitée. Activer le blocage en appuyant sur la touche pendant environ deux secondes. Pour le déblocage, procéder de la même façon.

5.2. Les composants visuels du système de contrôle LSC

L'écran à cristaux liquides est divisé en trois zones :

1. Barre de menu
2. Zone de fenêtre
3. Barre d'état

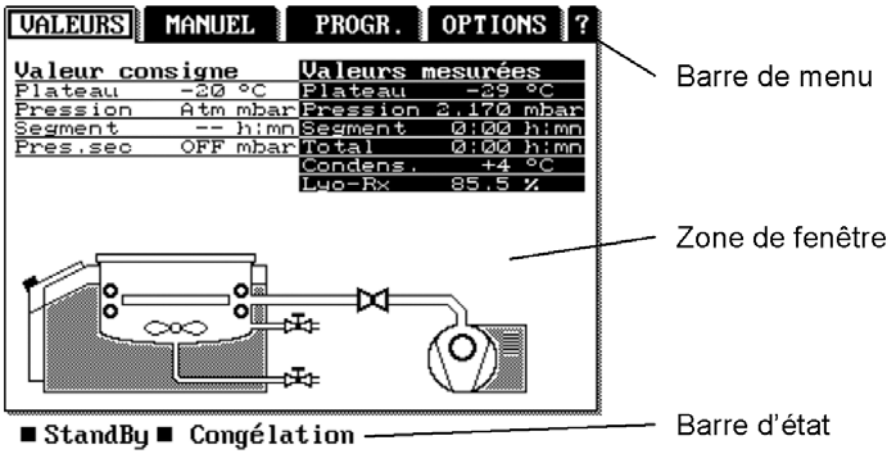


Fig. 2 Ecran à cristaux liquides

5.2.1. Barre de menu

La barre de menu contient 5 onglets : `VALEURS`, `MANUEL`, `PROGRAMME`, `OPTIONS` et `?` (fonction d'aide). Ces onglets permettent l'accès à tous les configurations, paramètres et modes d'opération de l'appareil.

Les onglets sont sélectionnés en tournant le bouton « tourner & presser » (●) vers la gauche ou vers la droite.

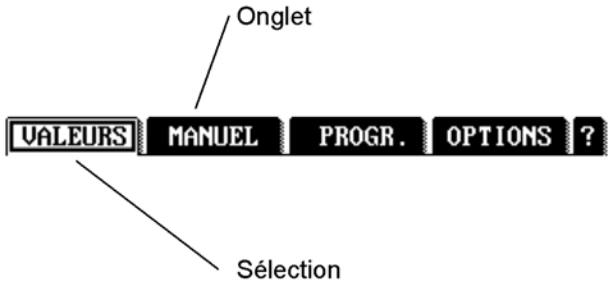


Fig. 3 Sélectionner un onglet dans la barre de menu

Appuyer sur le bouton de confirmation pour activer l'onglet sélectionné.

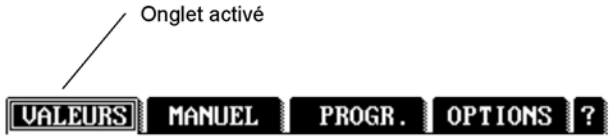


Fig. 4 Onglet activé dans la barre de menu

Le système affiche un menu contextuel ou une nouvelle fenêtre.

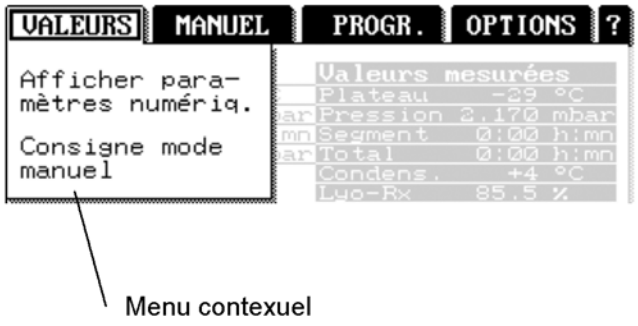


Fig. 5 Affichage d'un menu contextuel

5.2.2. Zone de fenêtre

La fenêtre principale occupe toute la zone de fenêtre. Les menus contextuels ainsi que les fenêtres de dialogue sont affichés dans une zone superposée. La fenêtre principale est donc toujours visible. Veuillez tenir en compte que les entrées ne sont possibles que dans la zone active qui se trouve au premier plan. Les valeurs mesurées ne sont pas actualisées dans la fenêtre principale lors de l'affichage d'un menu.

Veuillez trouver une description des différents types de fenêtre du système de contrôle LSC ci-dessous.

1. Menus contextuels
2. Fenêtres de dialogue
3. Fenêtres principales (occupent toute la zone de fenêtre)
   a. Schéma synoptique de l'appareil
   b. Fenêtre de valeurs

5.2.2.1. Menus contextuels

Il y a deux types différents de menus contextuels : Il y a les menus contextuels supérieurs qui sont affichés si l'utilisateur sélectionne un onglet de menu et il y a les menus contextuels inférieurs qui sont affichés si l'utilisateur active une entrée d'un menu supérieur.

Pour fermer le menu supérieur choisir l'onglet de menu encore une fois.

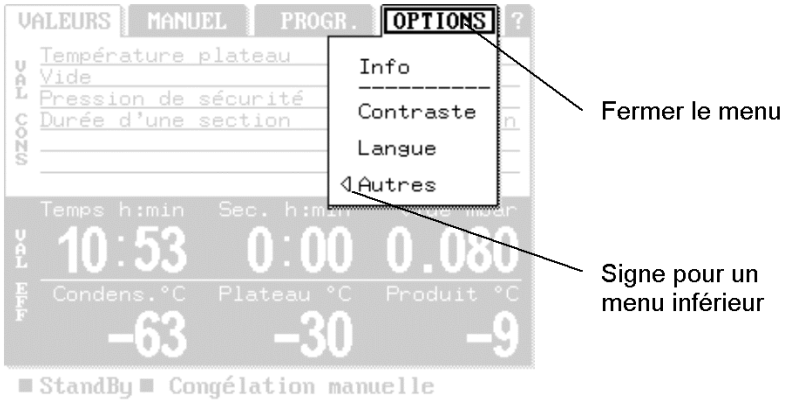


Fig. 6 Menu contextuel supérieur

Chaque menu inférieur contient un bouton **Fermer** . Ce bouton sert à fermer le menu inférieur. L'entrée correspondante du menu supérieur est à nouveau sélectionnée.

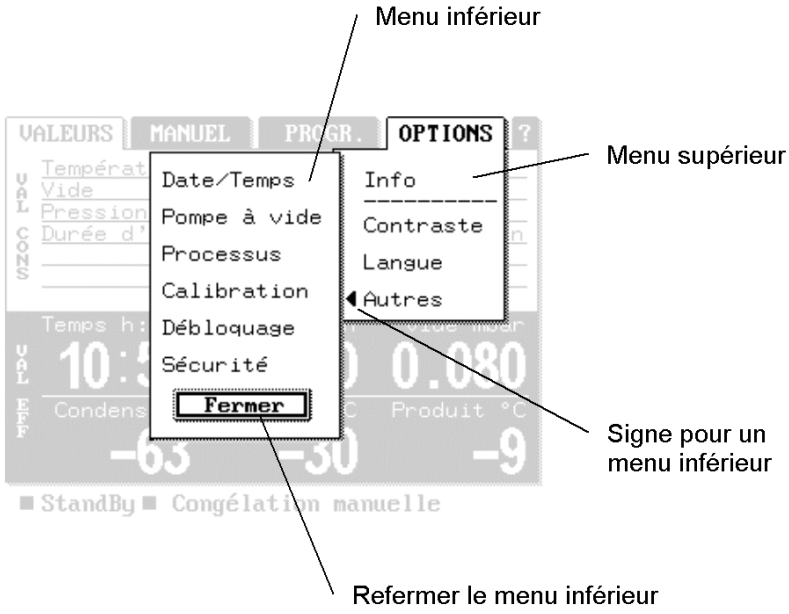


Fig. 7 Menus contextuels supérieur et inférieur

5.2.2.2. Fenêtres de dialogue

Les fenêtres de dialogue sont utilisées pour l'entrée des paramètres et pour l'affichage des informations additionnelles (par exemple la courbe de pression de vapeur sur glace, la modification des paramètres, etc.). L'utilisateur peut ouvrir une fenêtre de dialogue en activant une entrée de menu ou en appuyant sur une touche de fonction. Il y a une seule exception : Le système d'information du processus et de l'appareil est affiché automatiquement par le système.

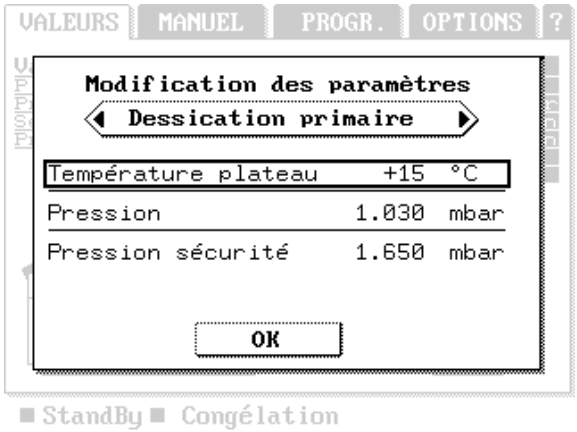


Fig. 8 Fenêtre de dialogue

Les fenêtres de dialogue peuvent contenir les éléments suivants :

- Bouton :
  Utiliser les boutons pour confirmer les entrées ou pour refermer la fenêtre.
- Barre de défilement :
  Utiliser la barre de défilement pour l'entrée des paramètres.
- Case d'option:
  Si la case d'option est cochée, la configuration correspondante est sélectionnée.
- Champs d'entrée:
  Tous les autres champs qui peuvent être sélectionnés sont utilisés pour l'entrée des paramètres, par exemple pour les valeurs de consigne, les constantes de temps, etc.

5.2.2.3. Fenêtre principale

Schéma synoptique de l'appareil

Les valeurs de processus, les valeurs de consigne et les valeurs effectives les plus importantes sont affichées dans le schéma synoptique de l'appareil.

Les valeurs de consigne affichées sont toujours celles de la phase présélectionnée ou active (voir la barre d'état).

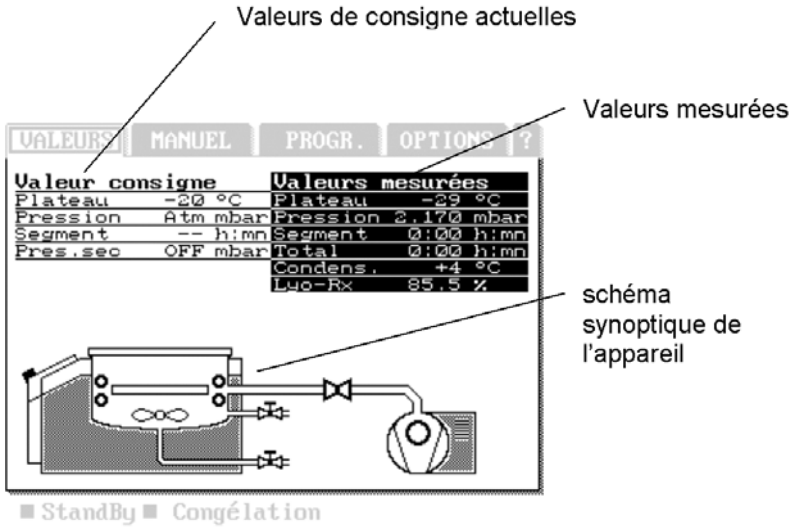


Fig. 9 Affichage du schéma synoptique de l'appareil

La partie inférieure de la fenêtre montre un plan animé de l'appareil avec les unités actives (symboles). Les unités actives peuvent être : le condenseur, la pompe à vide, les vannes, le dispositif électrique pour le chauffage des plateaux et le ventilateur du piège. Les symboles des unités actives sont affichés en surbrillance.

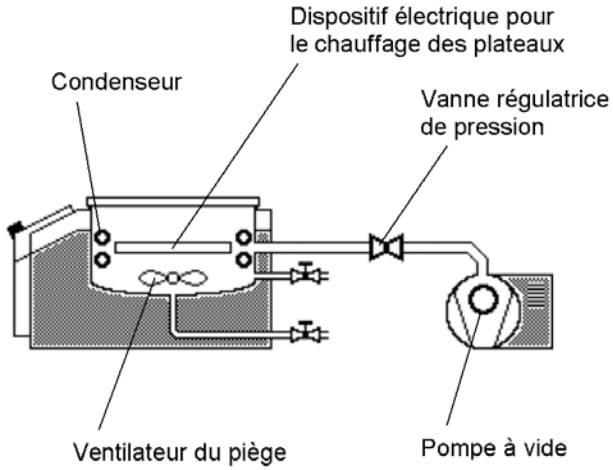


Fig. 10 Schéma synoptique de l'appareil GAMMA 1-16/2-16 LSC(processus A)

Exemple pour des unités actives :

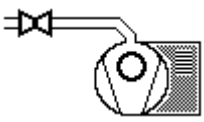


Fig.11 Pompe à vide inactive et vanne régulatrice de pression fermée

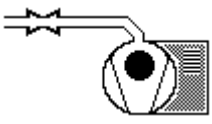


Fig.12 Pompe à vide active et vanne régulatrice de pression ouverte

Après tout démarrage de l'appareil, le schéma synoptique de l'appareil est affiché automatiquement.

Choisir **`Valeurs`** → `Afficher paramètres numériques` pour ouvrir la fenêtre de valeurs à partir du schéma synoptique de l'appareil.

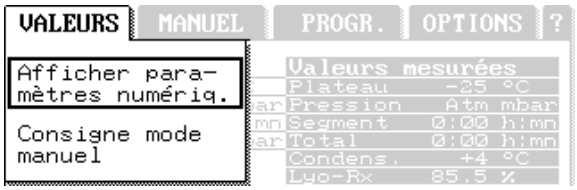


Fig. 13 Ouvrir la fenêtre de valeurs

Fenêtre de valeurs

La fenêtre de valeurs montre les valeurs de consigne et les valeurs mesurées du processus actif de façon bien structurée.

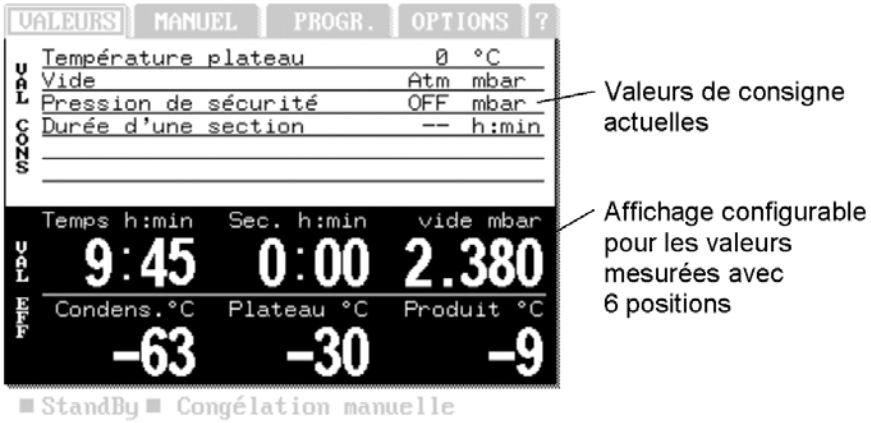


Fig. 14 L'affichage de la fenêtre de valeurs

L'affichage des valeurs effectives peut être configuré par l'utilisateur. Celui-ci peut choisir les valeurs effectives les plus importantes. Ensuite, il alloue à chaque valeur une position de l'affichage. A ce but, ouvrir la fenêtre de dialogue correspondante en choisissant **`Valeurs`** → `Configurer affichage mesures`.

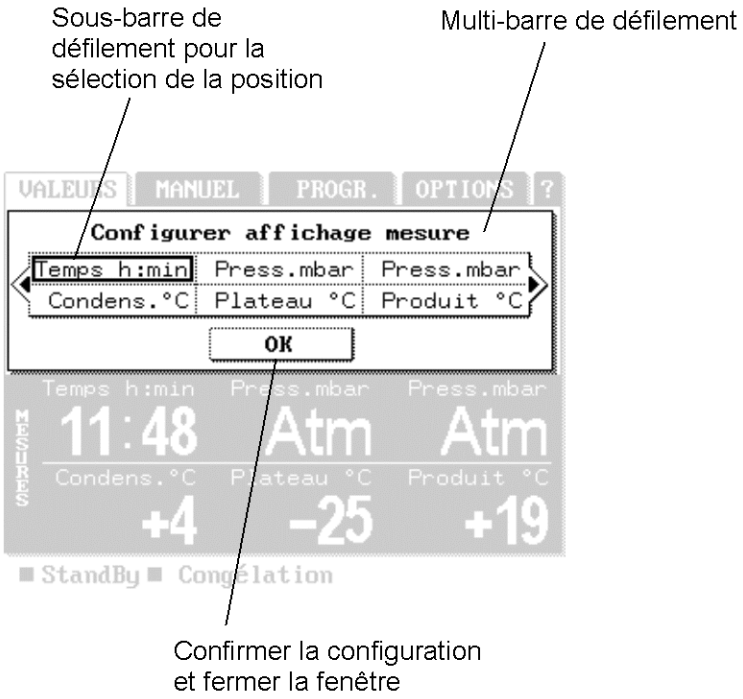


Fig. 15 Fenêtre de dialogue pour la configuration des 6 positions pour les valeurs mesurées

Les 6 sous-barres de défilement affichées dans la multi-barre de défilement reflètent la position de la valeur mesurée dans la fenêtre.

Les valeurs mesurées suivantes peuvent être sélectionnées :

- **Temps h:min** **(heure actuelle)**
- **Total h:min** **(durée totale du processus)**
- **Seg. h:min** **(durée d'une section du processus)**
- **Press mbar** **(valeur mesurée pour le vide)**
- **Condens.°C** **(température du condenseur)**
- **Plateau 1°C** **(température du plateau 1)**
- **Plateau 2°C** **(température du plateau 2)**
- **Plateau 3°C** **(température du plateau 3)**
- **Produit 1°C** **(température du produit 1)**
- **Produit 2°C** **(température du produit 2)**
- **Produit 3°C** **(température du produit 3)**
- **Lyo Rx %** **(option)**
- **Lyo Prod.°C** **(option)**
- **Dégivrage °C** **(température de la manchette de dégivrage)**

Si une position ne doit pas être attribuée, choisir `-- libre --.`

Choisir l'entrée de menu **`Valeurs`** → `Afficher schéma synoptique` pour afficher le schéma synoptique de l'appareil à partir de la fenêtre de valeurs.

Fig. 16 Afficher le schéma synoptique de l'appareil

5.2.3. Barre d'état

La barre d'état montre le mode d'opération et la phase présélectionnée ou la phase active. Dans le module de programmation, la barre d'état montre aussi la section actuelle et le nombre total des sections du programme.

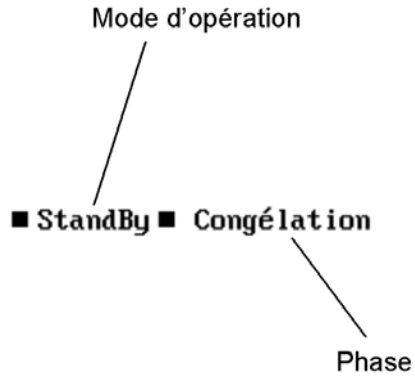


Fig. 17 Barre d'état pour le mode manuel

5.3. Touches de fonction

Touche de fonction « Standby » ⭘ (« Veille »)

Appuyer sur la touche « Standby » ⭘ pour mettre toutes les unités hors service. Cette fonction est toujours disponible (dans chaque fenêtre ouverte). Normalement, le processus est terminé après la fin de la lyophilisation (avant l'aération manuelle) avec « Standby » ⭘.

Touche de fonction « Run » ⭘ (« Marche »)

Appuyer sur la touche « Run » ⭘ pour démarrer la lyophilisation. En mode manuel, les unités qui sont nécessaires pour la phase sélectionnée sont activées. Si un programme a été sélectionné en avant, il est démarré dans la section correspondante. La transition entre les différentes phases est toujours réalisée dans l'état

« Marche ». La fonction « Run » (« Marche ») ⏵ n'est disponible que si tous les menus et fenêtres sont fermés, c'est-à-dire qu'elle peut seulement être activée dans une des fenêtres de valeurs ou dans le schéma synoptique de l'appareil.

Veuillez considérer que les différentes unités sont activées l'une après l'autre en temps différé. Le tableau 1 montre les retards d'activation pour les appareils **GAMMA 1-16 LSC** et **GAMMA 2-16 LSC**.

	Instant (sec.)	**Unité**
GAMMA 1-16	0	Groupe frigorifique 1
	5	Pompe à vide
	10	Toutes les autres unités
GAMMA 2-16	0	Groupe frigorifique 1
	150	Groupe frigorifique 2
	155	Pompe à vide
	160	Toutes les autres unités

Tableau 1 Temps de retard des différentes unités

Touche de fonction « Lock/Unlock » ⊗ (« Bloquer/Débloquer »)

Appuyer pour environ deux secondes sur la touche ⊗ pour bloquer l'appareil contre une opération non intentionnelle. Ensuite, le système ignore toutes les actions du bouton « tourner-presser » (●) et des trois touches de fonctions ⏹ ⏵ ⏏. Le système affiche seulement la fenêtre d'informations suivante.

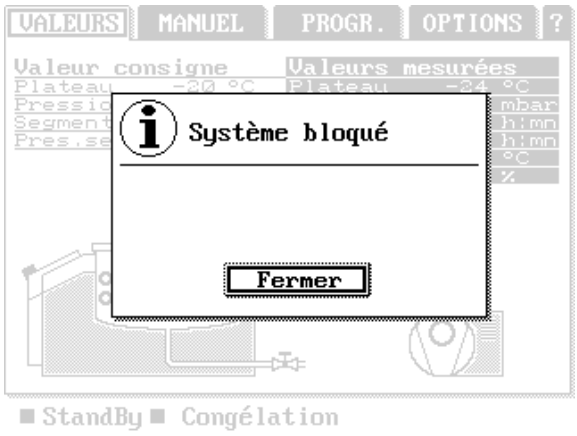


Fig. 18 Fenêtre de dialogue « système bloqué »

Pour le déblocage, appuyer encore une fois pour environ deux secondes sur la touche de fonction ⊗.

Touche de fonction « °C≙mbar » ⏏

Un tableau peut être affiché en appuyant sur cette touche. Ce tableau est utilisé pour convertir la température du condenseur ou le vide dans la chambre de dessiccation conformément à la

courbe de pression de vapeur sur glace. La conversion de la courbe de pression de vapeur sert à l'orientation et à la compréhension des relations entre la pression et la température de l'échantillon lors de la lyophilisation (voir chapitre 2.1). Ce tableau ne peut être affiché que dans les fenêtres du schéma synoptique de l'appareil, dans les fenêtres de valeurs et dans une fenêtre des valeurs de consigne. Cette touche est donc bloquée si des menus contextuels ou d'autres fenêtres de dialogue sont ouverts.

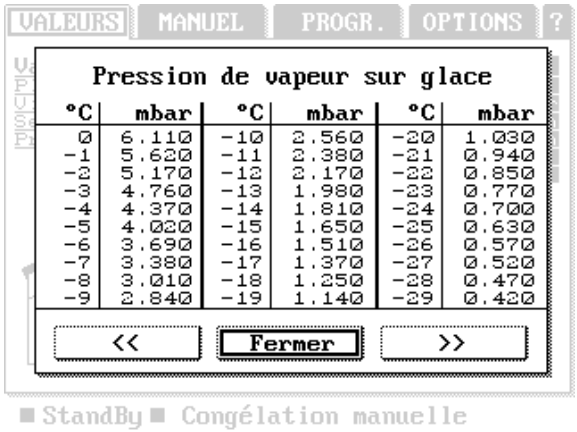


Fig. 19 Tableau pour la courbe de pression de vapeur sur glace

5.4. Mode manuel

Le mode manuel permet un contrôle manuel des différentes phases du processus : congélation, congélation + préchauffage de la pompe à vide, dessiccation primaire et dessiccation secondaire. En mode manuel, les valeurs de consigne sont paramétrées pour les différentes phases avant le démarrage du processus. Présélectionner ensuite la phase correspondante et appuyer sur la touche de fonction « Run » (« Marche ») ▶ pour démarrer le processus. Après la fin d'une phase, il est nécessaire d'activer manuellement la prochaine phase, sans activation du mode « Standby » (« Veille »). Après le déroulement de toutes les phases – normalement après la fin de la phase « dessiccation secondaire », il faut terminer le processus en appuyant sur la touche « Standby » (« Veille ») ■. En mode manuel, c'est l'utilisateur qui doit définir les durées des phases. Elles ne sont pas définies automatiquement par le système.

Les phases suivantes sont disponibles dans le mode manuel :

- `Congélation` (seulement pour le type A !)
- `Congélation + préchauffage PV` (type A)
  `Réfrigération + préchauffage PV` (type B!)
- `Dessiccation primaire`
- `Dessiccation secondaire`

La fonction « préchauffage de la pompe à vide » active la pompe à vide. La vanne régulatrice de pression est fermée. Cette phase

devrait durer au moins 20 minutes pour prolonger la durée de vie de la pompe à vide.

Fig. 20 Menu contextuel pour le mode manuel

De plus, le menu `Fonctions spéciales` offre les fonctions manuelles suivantes :

- `Dégivrage`
- `Test augmentation pression`
- `Présélection`

5.4.1. Procédé pour l'entrée des valeurs de consigne en mode manuel

Les valeurs de consigne sont enregistrées pour chaque phase dans un jeu de valeurs de consigne.

Pour ouvrir la fenêtre de dialogue correspondante, choisir **VALEURS** → `Consigne mode manuel.`

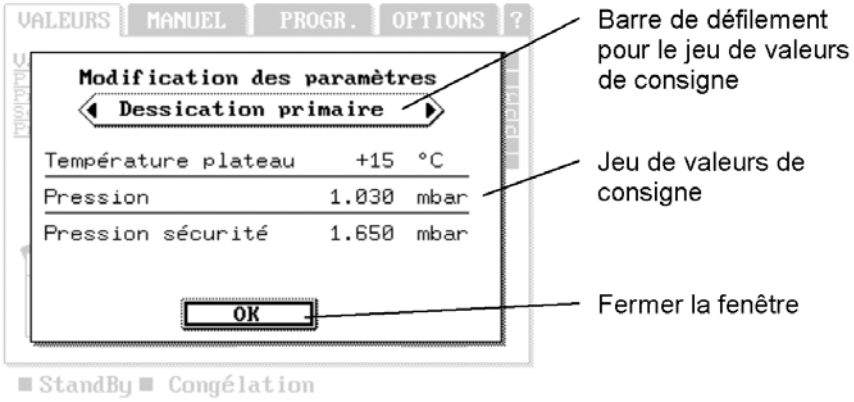


Fig. 21 Fenêtre de dialogue pour l'entrée des valeurs de consigne en mode manuel

Pour l'entrée des valeurs, choisir le jeu de valeurs de consigne correspondant (phase) dans la barre de défilement. Mettre en surbrillance la barre de défilement en tournant le bouton « tourner-presser » (●) et confirmer la sélection en appuyant sur le bouton ❹. La barre de défilement se trouve maintenant en mode de sélection, c'est-à-dire que le jeu de valeurs peut être sélectionné avec (●). Les valeurs de consigne actuelles de la phase sont

affichées. Le mode de sélection peut être quitté en appuyant sur le bouton .

Fig. 22 Barre de défilement en mode de sélection

Mettre en surbrillance maintenant le jeu de valeurs de consigne qui doit être modifié en tournant le bouton et confirmer la sélection avec . Maintenant, le mode de modification est actif. Tourner le bouton pour choisir une des valeurs de consigne prédéfinies. Confirmer la sélection pour quitter le mode de modification et pour accepter la valeur de consigne.

Fig. 23 Mode de modification pour les valeurs de consigne

5.4.2. Valeurs de consigne pour la congélation manuelle

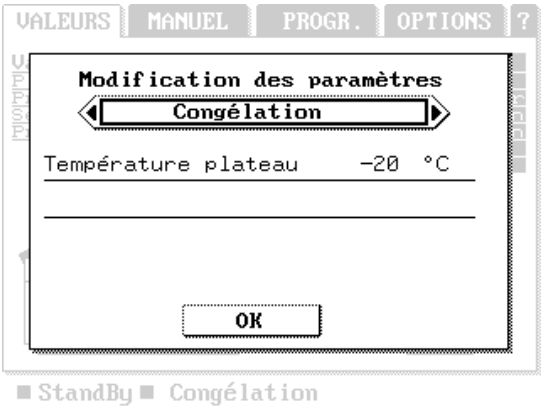


Fig. 24 Jeu de valeurs de consigne pour les phases « congélation » et « congélation et préchauffage de la pompe à vide »

Plage de valeurs admissibles

Température de plateau : -100°C ... +100°C

Plage de valeurs maximales

Température de plateau : -100°C ... +100°C

5.4.3. Valeurs de consigne pour la dessiccation primaire manuelle et la dessiccation secondaire

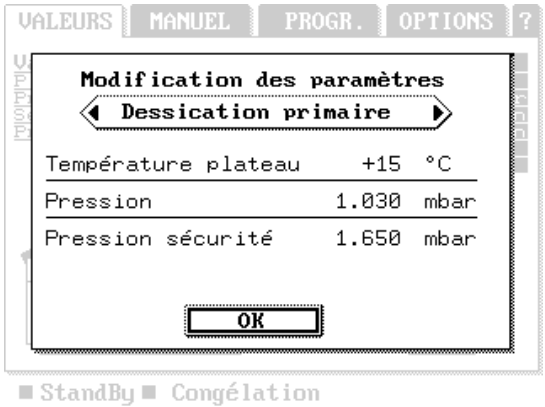


Fig. 25 Jeu de valeurs de consigne pour la dessiccation primaire et la dessiccation secondaire

Les valeurs de consigne pour le vide et la pression de sécurité sont bloquées l'une contre l'autre. Ainsi, des entrées inadmissibles des valeurs de consigne peuvent être évitées. (On peut choisir seulement une pression de sécurité dont la température correspondante de la courbe de pression de glace est au moins 5K plus élevée que celle de la valeur de consigne du vide.

Plage de valeurs admissibles

Plateau : -100°C ..+100°C

Vide : 0.0010 mbar … pression de sécurité – 5°C

Pression de sécurité : Vide +5°C 6.110 mbar et Atm

Plage de valeurs maximales

Plateau : -100°C ..+100°C

Vide : 0.0010 mbar ..4.020 mbar

Pression de sécurité : 0.0023 mbar ..6.110 mbar et Atm

La relation entre le vide et la température est représentée dans le tableau de conversion « courbe de pression de vapeur sur glace », chapitre 2.1.

5.4.4. Dégivrage manuel (option)

Dégivrage avec un dispositif de chauffage

Pour le dégivrage du condenseur, sélectionner la phase « dégivrage » (`MANUEL→Fonctions spéciales→Dégivrage`) et démarrer le dégivrage avec « Run » (« Marche ») ⏵. Pendant le dégivrage, le piège est chauffé par un dispositif de chauffage électrique. Le processus de dégivrage est terminé quand le bouton « Standby » ⏹ est pressé ou après l'écoulement du temps de dégivrage (voir VALEURS->Consigne mode manuel).

Dégivrage avec de l'eau chaude (option)

Pour le dégivrage du condenseur, sélectionner la phase « dégivrage » (MANUEL→Fonctions spéciales→Dégivrage) et démarrer le dégivrage avec « Run » (« Marche ») ⏵. Pendant le dégivrage, le piège est rempli de l'eau chaude. Le processus de dégivrage est terminé quand le bouton « Standby » ⏹ est pressé ou après l'écoulement du temps de dégivrage (voir VALEURS->Consigne mode manuel).

Attention : Il n'est pas possible de démarrer le dégivrage directement à partir d'une phase active (congélation, dessiccation primaire, dessiccation secondaire). L'appareil doit se trouver en mode « Standby » (« Veille »). Si le dégivrage est en cours d'exécution, il n'est pas possible de choisir une des phases « congélation », « dessiccation primaire » ou « dessiccation secondaire ». Dans ce cas, il est aussi nécessaire de passer d'abord en mode « Standby » (« Veille »). En plus, il faut veiller à ce que la chambre soit complètement désaérée, c.-à-d. la valeur réelle du vide doit être « Atm ».

Fig. 26 Fenêtre de dialogue pour le dégivrage manuel

5.4.5. Mesure manuelle de l'augmentation de pression (option)

Choisir MANUEL → Fonctions spéciales → Test augmentation pression pour démarrer la mesure manuelle de l'augmentation de pression. Cette fonction est seulement disponible en mode « Run » ⏵ « dessiccation primaire » ou « Run » ⏵ « dessiccation secondaire ».

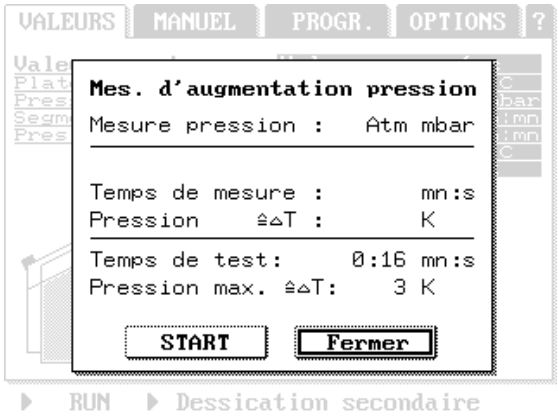


Fig. 27 Fenêtre de dialogue pour la mesure manuelle de l'augmentation de pression

Appuyer sur le bouton START pour démarrer la mesure de l'augmentation de pression. Pendant la mesure, la vanne intermédiaire évite le passage de la vapeur entre la chambre de dessiccation et le condenseur. La différence de pression est affichée conformément à la courbe de pression de vapeur sur glace.

La différence de pression est calculée comme suit :

Différence de pression = valeur du vide mesurée (au début de la mesure) – valeur du vide mesurée actuellement

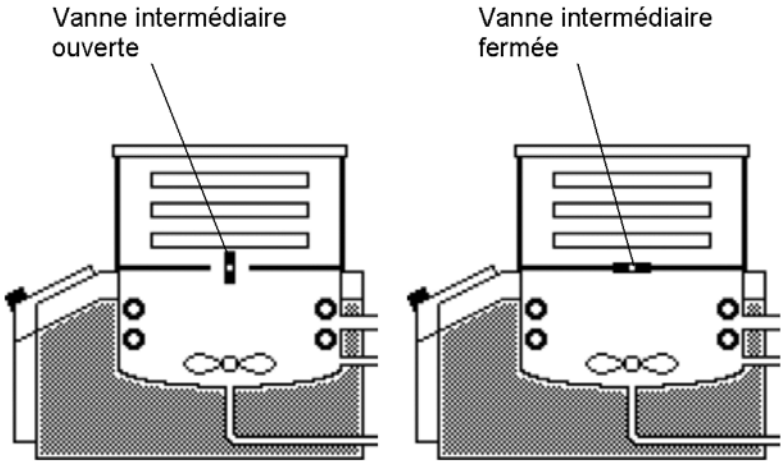


Fig. 28 Vanne intermédiaire entre la chambre de dessiccation et le condenseur

Le bouton STOP sert à terminer la mesure de l'augmentation de pression. Les valeurs affichées pour la différence de pression et le temps de mesure sont gelées. Elles indiquent la quantité actuelle de vapeur d'eau et donc l'humidité résiduelle du produit.

La mesure de l'augmentation de pression est terminée automatiquement après l'écoulement du temps de mesure ou si la pression excède la pression de sécurité maximale.

5.4.6. Présélection

Présélection pour la régulation de la pression et l'injection d'air.

Les présélections sont activées:

- après un changement de phase
- quand un programme a été chargé
- lors de la commutation de « Run » (« Marche ») à « Standby » (« Veille »)

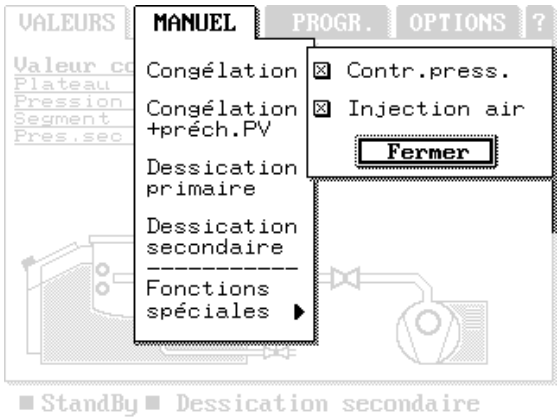


Fig. 29 Menu de présélection

5.5. Module de programmation (option)

5.5.1. Généralités

Contrairement au mode manuel, le module de programmation PGM-30 est utilisé pour exécuter un processus préprogrammé (programme de lyophilisation).

Un programme de lyophilisation est divisé en plusieurs sections. Des valeurs de consigne pour la phase, la durée de section, la température du plateau, le vide, la pression de sécurité et dT congélation/dessiccation sont attribuées à chaque section du programme. Le PGM-30 a 30 positions de mémoire pour des programme individuellement crées. 32 sections au maximum peuvent être attribuées à chaque programme. Un programme doit comprendre au moins 3 sections.

Lors de l'exécution du programme de lyophilisation, le module de programmation réalise progressivement les sections crées jusqu'à ce que la dernière section soit terminée. Les valeurs de consignes définies pour le plateau et le vide sont des nœuds à l'aide desquelles le module de programme calcule une fonction linéaire (rampe) avec une certaine pente. Ainsi, les valeurs de consigne ne changement pas brusquement lors de la transition d'une section à l'autre. Au lieu de cela, elles augmentent continuellement et sans à-coups.

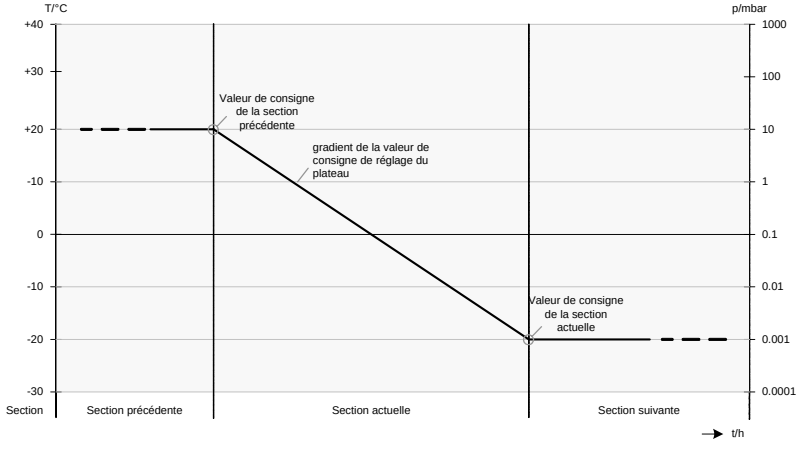


Fig.30 Le module de programmation calcule une fonction linéaire (rampe) pour la température du plateau et le vide dans la chambre de dessiccation sur la base de la durée de section et des valeurs de consignes de la section actuelle et de la section précédente

La première section d'un programme est toujours la « chargement ». Dans cette section, les valeurs standard pour calculer la fonction de la température du plateau sont définies. Normalement, c'est la température ambiante. Si le produit a été précongelé (processus B, congélation à part et dessiccation à l'extérieur du piège du condenseur), il faut indiquer la température du produit. La deuxième section et toutes les autres sections peuvent être utilisées pour la congélation, la dessiccation primaire et la dessiccation secondaire. Il faut prendre en considération qu'il est impossible d'échanger des phases, c.-à-d. la phase « congélation » ne peut plus être sélectionnée après la dessiccation primaire.

Le moment de préchauffage de la pompe à vide (phase de préchauffage) est automatiquement déterminé par le module de programmation au cours de la congélation. La phase « congélation » (durée de section) n'est pas affectée par le préchauffage de la pompe à vide. Le PGM-30 met la pompe à vide en marche quand la vanne régulatrice de pression est **fermée**. Cela n'a aucune influence sur la pression dans la chambre.

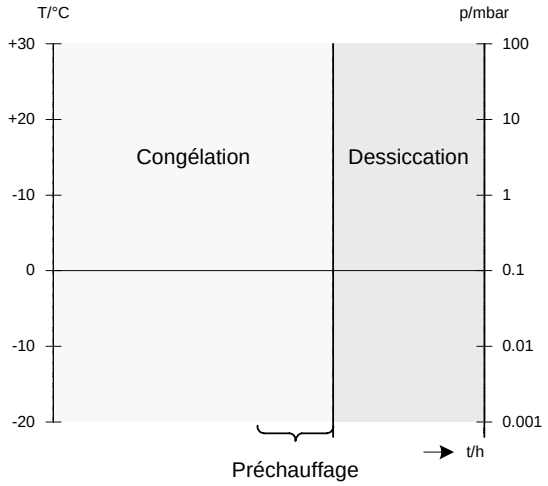


Fig.31 Le module de programmation commence la phase de préchauffage dans la phase de congélation de sorte qu'elle soit effectuée avant la section de dessiccation.

Comme dans les autres modes d'opération, les données du module de programmation (les valeurs de consigne, les valeurs réelles et l'état) sont affichées dans des fenêtres de valeurs, dans le schéma synoptique de l'appareil et dans la barre d'état.

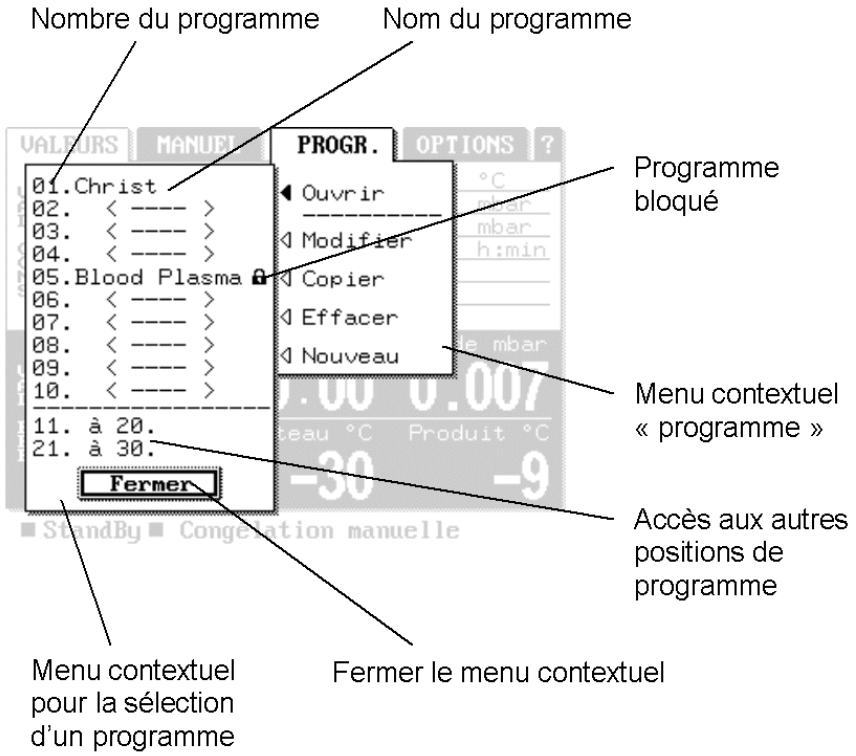


Fig. 32 Fenêtre contextuelle du module de programmation

Sélectionner **PROGRAMME** pour appeler le module de programmation sur l'écran. Le démarrage du module de programmation n'est cependant pas possible s'il y a déjà un programme ouvert. Un menu contextuel est affiché pour la sélection de la fonction désirée (ouvrir, modifier, copier, effacer et nouveau).

5.5.2. Nouveau programme

Pour la création d'un nouveau programme, choisir **PROGRAMME** → Nouveau et ensuite une position libre de la liste des programmes. Les positions libres sont caractérisées par < - - - - >. Après la sélection d'une position de programme, le mode de modification de programme est activé. Le système ouvre le programme standard « Christ » comme base du nouveau programme. Ce programme standard peut être configuré individuellement par la modification des valeurs de consigne, l'effacement ou l'addition des sections. La date de création correspond à la date actuelle.

Le programme standard CHRIST est une proposition pour la lyophilisation des solutions aqueuses avec un point de congélation > 10°C selon le processus A (congélation et dessiccation sur des plateaux refroidis à l'intérieur du piège du condenseur).

Section	Setvalues					
	Phase	Temps section [h:min]	Plateau [°C]	Pression [mbar]	Pression sécurité [mbar]	dT cong. dess. [°C]
1	Charg.		20			
2	Congélation	01:00	-20			OFF
3	Congélation	01:00	-20			OFF
4	Congélation	00:30	-15			OFF
5	Congélation	00:30	-15			OFF
6	Dessication primaire	00:10	-15	1,03	OFF	OFF
7	Dessication primaire	01:50	-15	1,03	1,65	OFF
8	Dessication primaire	01:00	-10	1,03	1,65	OFF
9	Dessication primaire	01:00	-10	1,03	1,65	OFF
10	Dessication primaire	02:30	20	1,03	1,65	OFF
11	Dessication primaire	09:30	20	1,03	1,65	OFF
12	Dessication secondaire	00:10	20	0,001	1,65	OFF
13	Dessication secondaire	00:50	30	0,001	1,65	OFF
14	Dessication secondaire	02:00	30	0,001	1,65	OFF

Fig.33 Programme standard CHRIST en forme de table

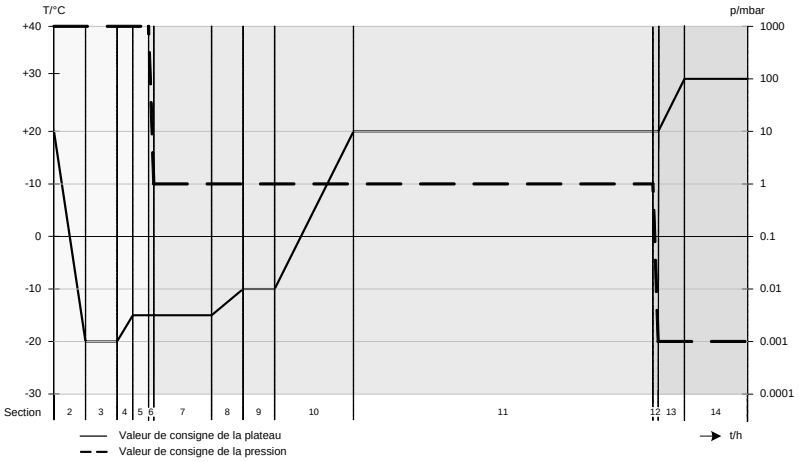


Fig.34 Programme standard CHRIST en forme graphique

5.5.3. Modifier un programme

Il est possible d'adapter le programme individuellement au processus de lyophilisation. Choisir **PROGRAMME** → `Modifier` et sélectionner le programme désiré de la liste des programmes. Si le programme est bloqué contre l'accès par des personnes non autorisées, il est nécessaire d'entrer une clé utilisateur de quatre chiffres. Cette clé utilisateur peut être définie en choisissant **OPTIONS** → `Autres` → `Sécurité`.

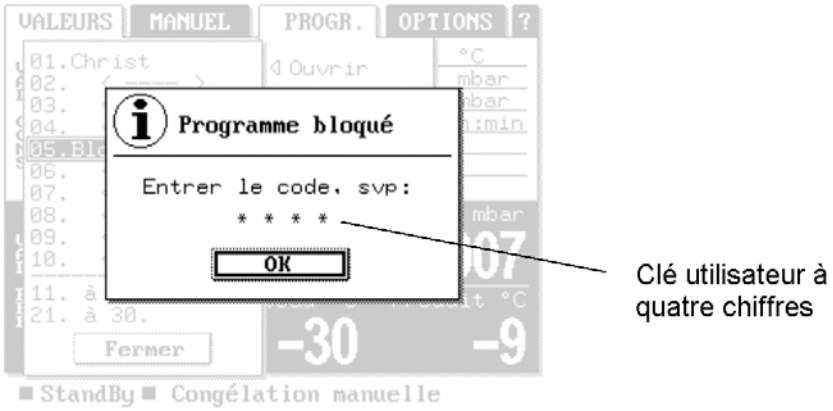


Fig. 35 Fenêtre de dialogue pour l'entrée de la clé utilisateur

Le module de programmation affiche toujours 3 sections pour établir un rapport aux sections précédentes et suivantes. La première section « chargement » est une phase fixe et ne peut pas être modifiée. Utiliser cette phase pour définir les conditions de départ du programme. Toutes les autres sections sont exécutées l'une après l'autre. Veuillez faire attention à l'ordre fixe des phases d'un programme : « chargement », « congélation », « dessiccation primaire » et « dessiccation secondaire ». Il ne pas possible d'échanger une des phase contre une autre, par exemple il n'est pas possible de définir d'abord la phase « dessiccation primaire » et ensuite la phase « congélation ».

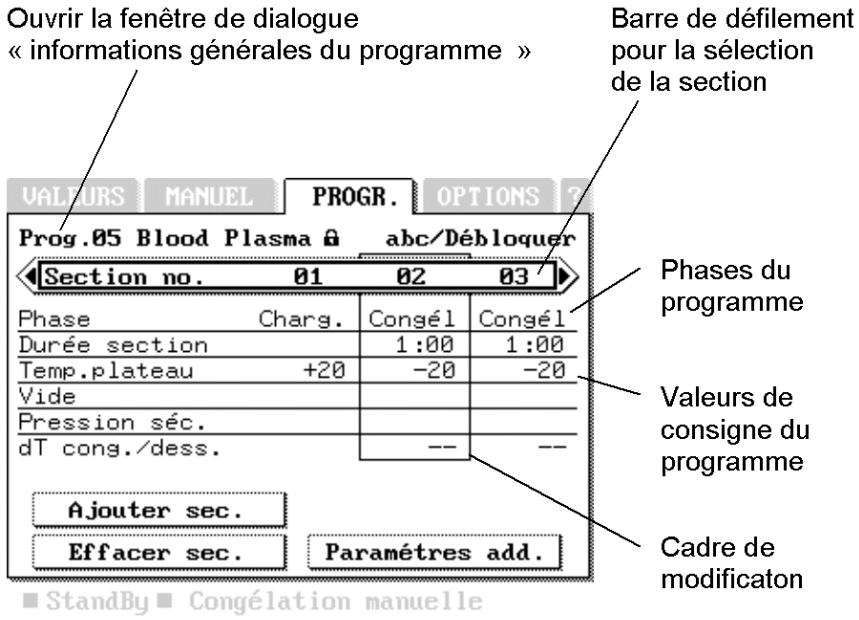


Fig. 36 Le mode de modification de programme

Le module de programmation peut être quitté en choisissant l'onglet **PROGRAMME**. Ce n'est qu'après que les modifications sont acceptées dans la mémoire de programme.

Modifier un programme

Pour la modification d'un programme, utiliser la barre de défilement pour la sélection des sections pour positionner la section désirée au milieu de la barre (marquée par un cadre de modification). Quitter la barre de défilement pour sauter dans le cadre de modification. Il est maintenant possible de modifier les phases ou les valeurs de consigne. Pour quitter le cadre de modification, choisir la position la plus haute (numéro de la section).

Ajouter une section Ajouter sec.

Ajoute une nouvelle section à la position qui est affichée dans le cadre de modification. Les valeurs de consigne en surbrillance sont adoptées de la section. Un maximum de 32 sections est possible.

Effacer une section Effacer sec.

Efface la section qui est affichée dans le cadre de modification. Un minimum de 3 sections par programme est nécessaire.

Paramètres additionnels Paramétres add.

- Préchauffage pompe à vide
  Sert à la définition de la durée de préchauffage de la pompe à vide. La pompe à vide est activée automatiquement par le module de programmation pour le préchauffage.
- Alarme LyoControl Rx
  La valeur « alarme LyoControl Rx » sert à définir la valeur admissible au minimum du capteur LyoRx pendant la lyophilisation. Si la valeur réelle tombe au-dessous de cette valeur, le chauffage du plateau est arrêté pour éviter que le produit soit décongelé à cause d'un niveau d'énergie trop élevé. La valeur LyoRx n'est évaluée que pendant la dessiccation primaire et la dessiccation secondaire.
- dt plateau
  Après la fin de la section, la valeur réelle de la température du plateau est comparée à la valeur de consigne. Si la différence de la température du plateau est hors de la gamme admissible (dt plateau), le PGM-30 prolonge la section jusqu'à ce que la différence soit dans la gamme admissible. Si la valeur de consigne pour « dt plateau » est inactive (OFF), le contrôle de la température du plateau n'est pas effectué après la fin de la section.
- Mesure de l'augmentation de pression pendant la dessiccation primaire

Voir 5.5.8 « Mesure de l'augmentation de pression pendant la dessiccation ».

- Mesure de l'augmentation de pression pendant la dessiccation secondaire
  Voir 5.5.8 « Mesure de l'augmentation de pression pendant la dessiccation ».

5.5.3.1. Informations générales du programme

Le nom du programme et l'état de blocage peuvent être définis dans la fenêtre de dialogue « Informations générales du programme ».

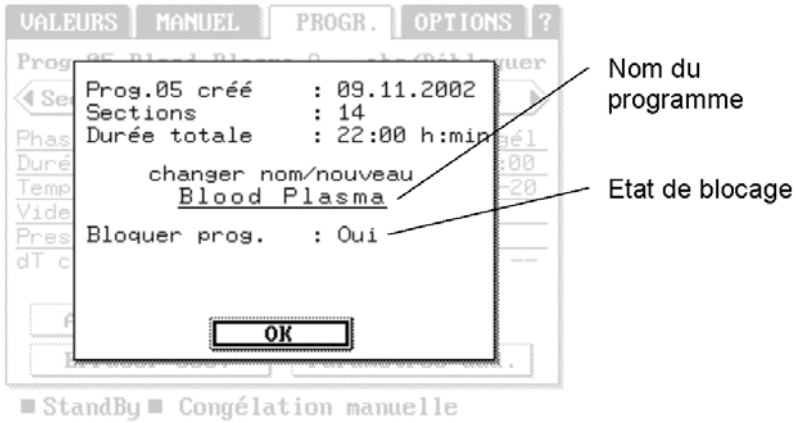


Fig. 37 Informations générales du programme

5.5.4. Ouvrir un programme

Sélectionner le programme de la liste des programmes avec **PROGRAMME** → `Ouvrir`. Les informations générales du programme sont affichées dans la fenêtre de dialogue qui est maintenant affichée. La section de départ et le temps pour le commencement de la section peuvent être adaptés individuellement.

Choisir le bouton OUVRIR pour ouvrir le programme et pour fermer la fenêtre de dialogue. La barre d'état est actualisée. Appuyer sur la touche de fonction « Run » (« Marche ») ● pour démarrer le programme.

Fig. 38 Fenêtre de dialogue pour ouvrir un programme

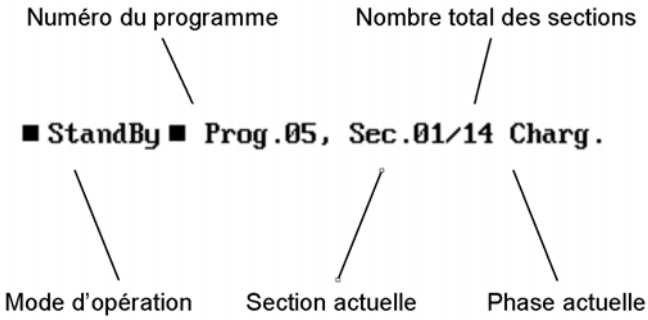


Fig. 39 Barre d'état dans le mode de programme

5.5.5. Copier un programme

Sélectionner le programme qui doit être copié (programme source) de la liste des programmes avec **PROGRAMME** → `Copier`. Il est uniquement possible de copier des positions de programme occupées. Le système ignore la sélection d'une position libre. La sélection est aussi ignorée s'il n'y a plus de positions libres. Des informations générales du programme sont affichées dans la fenêtre de dialogue. Le système de contrôle LSC propose une des positions libres pour le nouveau programme. L'utilisateur peut choisir une autre position si nécessaire. Il est seulement possible de sélectionner une position libre. Choisir le bouton COPIER pour copier le programme source à la position cible et fermer la fenêtre de dialogue. Choisir le bouton Annuler pour retourner à la liste des programmes.

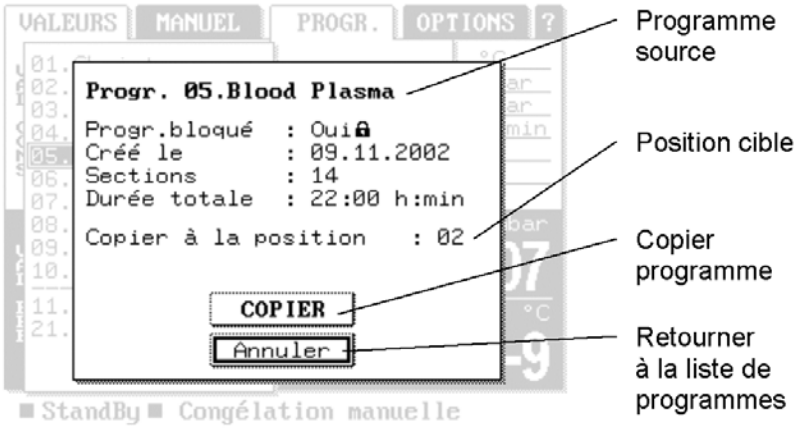


Fig. 40 Fenêtre de dialogue pour copier un programme

5.5.6. Effacer un programme

Sélectionner le programme qui doit être effacé de la liste des programmes avec **PROGRAMME** → `Effacer`. Il est seulement possible de choisir des positions occupées et débloquées. Le système ignore la sélection d'une position libre ou d'un programme bloqué. Après la sélection du programme, le système affiche une fenêtre de dialogue pour la confirmation d'effacement. Choisir le bouton EFFACER pour effacer le programme et fermer la fenêtre de dialogue. Choisir le bouton Annuler pour retourner à la liste des programmes.

Fig. 41 Fenêtre de dialogue pour effacer un programme

5.5.7. Delta-t congélation/dessiccation

Présélection de la différence admissible entre la température du plateau et la température du produit à la fin d'une section. Le système commence la prochaine phase seulement si la différence actuelle est inférieure à cette valeur.

Exemple : Si la température du plateau est réglée à -40 °C lors de la congélation et que la température du produit doive atteindre au moins -30 °C avant que la « dessiccation primaire » commence, la différence admissible est de +10K. Donc, il faut entrer « 10 » pour la valeur de consigne « delta-t congélation ».

Si la température du plateau et réglée à +20°C lors de la dessiccation et que la température du produit doive atteindre au moins +15 °C avant que la « dessiccation secondaire » commence, la différence admissible est de 5K.

Si la différence réglée n'est pas atteinte pendant la durée de la phase sélectionnée, la phase est prolongée jusqu'à ce que la différence soit atteinte, dépassée ou dépassée vers le bas. Un message d'erreur est affiché dans le système d'information du processus et de l'appareil.

La différence de température peut être réglée dans une plage de 1 à 25. Pour assurer que la prochaine phase peut commencer, il faut veiller à ne pas choisir une différence de température trop petite.

La mesure de la différence « delta-t congélation » est réalisée par le capteur de température « Valeur actuelle produit 1 ». Si la mesure n'est pas nécessaire ou qu'il ne soit pas possible d'utiliser des capteurs, la mesure peut être désactivée en choisissant « -- » comme valeur de consigne.

5.5.8. Mesure de l'augmentation de pression pendant la dessiccation

La mesure de l'augmentation de pression en mode de programme est toujours réalisée pendant la dernière phase de dessiccation (dessiccation primaire ou dessiccation secondaire). La prochaine phase commence à la suite de deux mesures consécutives passées avec succès. S'il n'y a pas deux mesures passées avec

succès à la fin d'une phase, un message est affiché dans le système d'information du processus et de l'appareil. La phase est prolongée jusqu'à ce que deux mesures soient passées avec succès.

Adapter les paramètres suivants pour la mesure de l'augmentation de pression :

Augmentation max. de pression
L'augmentation de pression admissible au maximum pour passer la mesure avec succès. La valeur est convertie en K conformément à la courbe de pression de vapeur sur glace.
Démarrage de la mesure de l'augmentation de pression
Démarrage de la première mesure de l'augmentation de pression à partir du début de la dernière phase de dessiccation.

Temps entre les mesures
La différence de temps entre deux mesures de l'augmentation de pression.

Durée de mesure
Le condenseur et séparé de la chambre de dessiccation pendant la mesure. Après la mesure, l'augmentation de pression est évaluée.

S'il est désiré de mesurer l'augmentation de la pression pendant le programme, la case correspondante doit être cochée.

Fig. 42 Les paramètres de la mesure de l'augmentation de pression

5.6. Système d'information du processus et de l'appareil

Le système d'information du processus et de l'appareil affiche et enregistre les défaillances et les messages. Les défaillances brèves ou les messages qui se produisent, par exemple, pendant la nuit, peuvent être affichés le jour suivant. Les défaillances dépendantes sont aussi enregistrées et affichées. Le système d'information du processus et de l'appareil est équipé d'une sortie de relais sans potentiel pour le raccordement à une station de surveillance centrale.

Le système d'information du processus et de l'appareil fait une différence entre un message et un incident machine ou du

processus. En cas d'une erreur matérielle ou d'une message, le système d'information du processus et de l'appareil est affiché automatiquement. De plus, un signal sonore se fait entendre (5 fois à des intervalles d'environ 16 secondes) jusqu'à ce que l'erreur soit confirmée. En cas d'une erreur matérielle ou d'une erreur de processus, le témoin de fonctionnement actif « Run » (« Marche ») ou « Standby » (« Veille ») clignote. La fenêtre de dialogue ne peut être quittée qu'après tous les incidents et messages aient été acquittés.

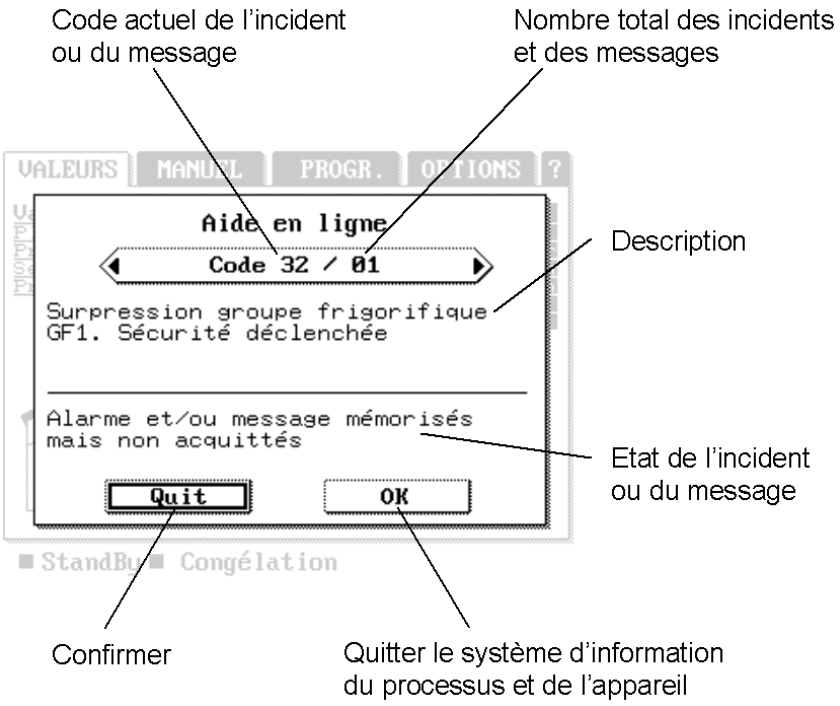


Fig. 43 Fenêtre de dialogue du système d'information du processus et de l'appareil »

Les messages suivants sont affichés dans le système d'information du processus et de l'appareil :

5.6.1. Messages de processus

Pour les messages concernant des erreurs matérielles voire le chapitre 6.7.1

Code 03

`La pression a été inférieure et ensuite supérieure à la pression de sécurité.`

Ce message d'erreur est affiché si la pression a été inférieure à la pression de sécurité pré-sélectionnée et si elle a ensuite dépassée cette valeur pendant la dessiccation. Vérifier si la pression de sécurité n'est pas réglée à une valeur trop basse ou si la quantité du produit ou la température du plateau ne sont pas réglées à des valeurs trop élevées. Des valeurs réglées incorrectement peuvent causer une augmentation excessive de la température du condenseur.

Code 20

Alarme Lyo Control R

La valeur LyoRx est hors le domaine admissible. Le dispositif de chauffage des plateaux est arrêté.

Code 21

Teneur résiduelle en eau trop élevée. Le segment du programme est prolongé

Ce message d'erreur est affiché s'il n'y a pas deux mesures consécutives passées avec succès à la fin d'une section. La section est prolongée.

Code 22

DT congélation/dessiccation e La température échantillon est hors limite à la fin du segment

Voir le chapitre 5.5.7 « Delta-t congélation/dessiccation »

Code 24

Intervalle de maintenance atteint. Effectuer la maintenance ou contacter le service après-vente.

Voir le chapitre 5.7.5 « Maintenance du lyophilisateur »

Code 25

La température du plateau programmée n'est pas atteinte à la fin du segment.

Ce message est seulement affiché si un module de programmation est utilisé ! Il est affiché si à la fin d'une section la température du plateau diffère de manière inadmissible de la valeur de consigne pour le plateau.

Code 26

Le déroulement du programme.

Ce message est seulement affiché si un module de programmation est utilisé ! Le programme est complètement terminé.

Code 29

Maintenance de la pompe à vide. Réaliser la maintenance et réinitialiser le compteur d'heures d'opération.

Il est possible de définir un intervalle d'entretien pour la pompe à vide (voir « Options »). Choisir **OPTIONS** → Autres → Pompe

à `vide`. Ce message est affiché dans le système d'information du processus et de l'appareil si la somme d'heures d'opération pré-sélectionnée est atteinte. Confirmer ce message. Réaliser l'entretien et remettre ensuite le compteur d'heures d'opération à zéro. Pour cela, choisir **`OPTIONS`** → `Autres` → `Pompe à vide`.

Code 43

`Eau dans le piège du condenseur.`

Il y a de l'eau de condensation dans le piège du condenseur.

5.7. Options

Les fonctions de l'onglet **`OPTIONS`** servent à la configuration de base du système de contrôle.

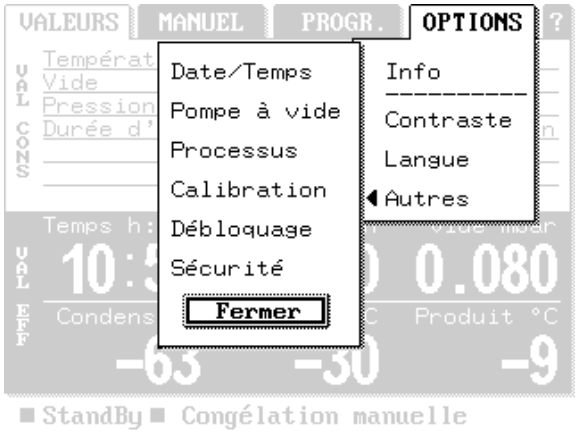


Fig. 44 Onglet « Options »

5.7.1. Informations

Choisir **`Info`** pour ouvrir le système d'information du processus et de l'appareil. Ce système affiche les messages d'erreurs éventuellement disponibles.

5.7.2. Contraste de l'affichage

Le contraste de l'affichage à cristaux liquides doit être ajusté individuellement selon l'angle de visée et selon les conditions de lumière. Ouvrir la fenêtre de dialogue correspondante en choisissant **`OPTIONS`** → `Contraste`. Mettre en surbrillance la barre de défilement en utilisant le bouton « tourner-presser » (●) ❷. Tourner le bouton (●) pour ajuster le contraste et confirmer le nouvel ajustage avec le bouton ❷. La plage de valeurs pour le contraste est déjà prédéfinie de sorte que l'utilisateur peut toujours voir le contenu de l'affichage d'un certain angle de visée, même si le contraste est réglé à 0 % ou à 100 %.

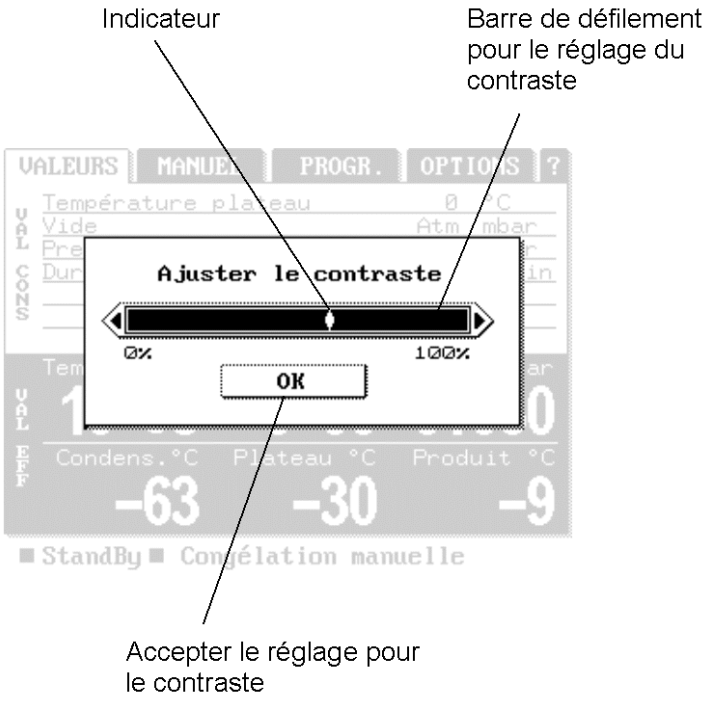


Fig. 45 Fenêtre de dialogue pour l'ajustage du contraste

5.7.3. Langue

Pour changer la langue du système de contrôle, choisir **OPTIONS** → Langue. Choisir le drapeau du pays correspondant en tournant le bouton (●) et confirmer la sélection en appuyant sur le bouton ●. Le schéma synoptique de l'appareil est ensuite affiché dans la nouvelle langue.

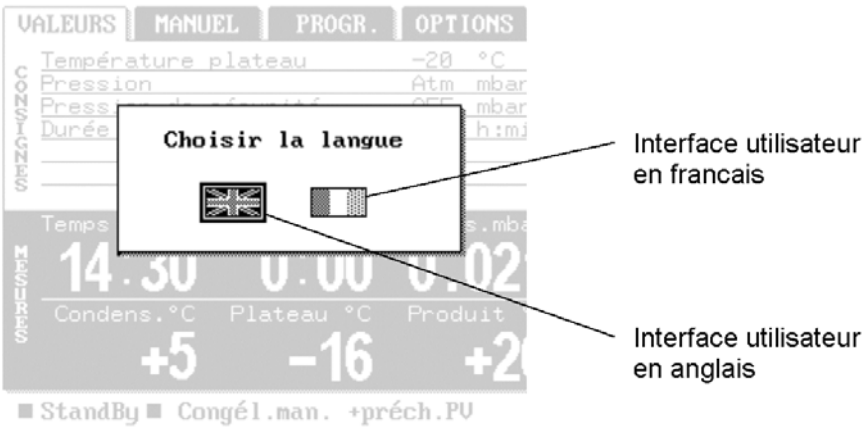


Fig. 46 Fenêtre de dialogue pour la sélection de la langue

5.7.4. Modifier la date et l'heure

Le système de contrôle LSC dispose d'une horloge intégrée avec une batterie tampon. Après une défaillance de cette batterie, il est nécessaire de régler l'horloge de nouveau. Pour le réglage, choisir **OPTIONS** → Autres → Date/Temps. La date et l'heure

réglées actuellement sont affichées comme valeurs de consigne lors de l'ouverture de la fenêtre.

Régler la date comme décrit ci-dessous :

Régler les valeurs actuelles pour le jour, le mois et l'année et confirmer ces valeurs avec ACCEPTER.

Régler l'heure comme décrit ci-dessous :

Régler les valeurs actuelles pour l'heure et la minute suivante. Au moment où la nouvelle minute commence, confirmer les valeurs avec ACCEPTER. Le compteur des secondes est remis à zéro.

Exemple :

Il est actuellement 10:23:15 heures [heures:min:sec]. Il faut donc régler l'horloge à 10:24 heures [heures:min]. Au moment où la nouvelle minute commence, c'est-à-dire à 10:24:00 [heures:min:sec], choisir ACCEPTER.

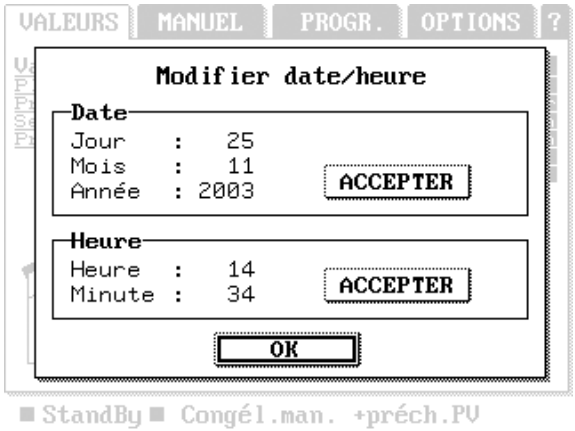


Fig. 47 Fenêtre de dialogue pour la date et l'heure

5.7.5. Maintenance du lyophilisateur

Les lyophilisateurs LSC doivent être maintenus au plus tard après 3000 heures de fonctionnement ou un an après la dernière maintenance. Si une maintenance de l'appareil doit avoir lieu, le message du code 24 est affiché dans le système d'information du processus et de l'appareil. Après la maintenance, il faut remettre le compteur d'heures à zéro dans la fenêtre de dialogue **OPTIONS** → `Autres` → `Maintenance` en appuyant sur le bouton RESET. En plus, le nombre actuel d'heures de fonctionnement depuis la dernière maintenance et la date (en format [mois.année]) de la dernière maintenance sont affichés dans la fenêtre de dialogue.

Fig.48 Fenêtre de dialogue des intervalles de maintenance du lyophilisateur

5.7.6. Intervalles de maintenance pour la pompe à vide

Pour définir et remettre à zéro les intervalles de maintenance pour la pompe à vide, choisir **OPTIONS** → Autres → Pompe à vide.

Les intervalles suivants peuvent être choisis : 100, 200, 300, 400, 500, 1000, 2000, 3000 et 4000 heures. Si l'intervalle de maintenance est réglé à ∞, le système n'affiche pas de message pour la maintenance.

Fig. 49 Fenêtre de dialogue pour l'intervalle de maintenance pour la pompe à vide

5.7.7. Processus

Le type de lyophilisation (voir chapitre 3) peut être pré-sélectionné dans la fenêtre de dialogue **OPTIONS** → Autres → Processus. La représentation de l'appareil dans le schéma synoptique de l'appareil dépend ce réglage du processus. Si une lyophilisation du type B est choisie, la phase « congélation manuelle » n'est plus disponible car dans ce cas il est nécessaire de congeler le produit à l'extérieur de l'appareil (par exemple dans un congélateur). La phase « réfrigération manuelle et préchauffage de la pompe à vide » est cependant disponible parce qu'elle est utilisée en premier lieu pour

le préchauffage de la pompe à vide et pour la pré-réfrigération du condenseur.

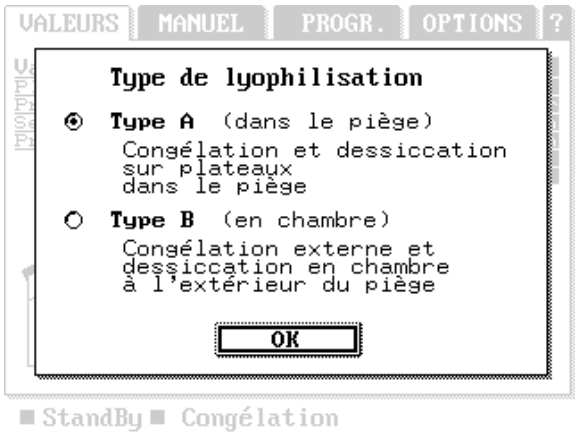


Fig. 50 Fenêtre de dialogue pour sélectionner le type de lyophilisation

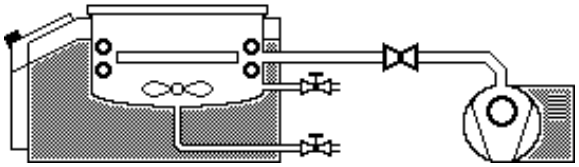


Fig. 51 Schéma synoptique de l'appareil pour le processus A

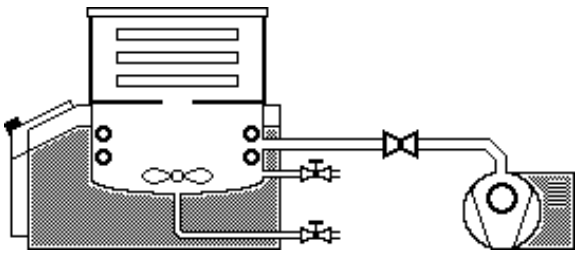


Fig. 52 Schéma synoptique de l'appareil pour le processus B

5.7.8. Déblocage

Pour le déblocage du système choisir **OPTIONS** → Autres → Déblocage. Entrer la clé de déblocage à 6 chiffres dans la fenêtre de dialogue

Fig. 53 Fenêtre de dialogue pour le déblocage du système

Si la clé de déblocage entrée n'est pas correcte, le système produit un signal sonore long (environ 1 seconde). Si le système accepte la clé, le signal est court.

5.7.9. Sécurité

L'utilisateur peut définir une clé utilisateur à 4 chiffres pour protéger les données de programme contre l'accès par des personnes non autorisées. Choisir **OPTIONS** → Autres → Sécurité pour ouvrir la fenêtre de dialogue correspondante. Entrer d'abord la clé utilisateur actuellement valide. Ce n'est qu'après l'entrée correcte qu'une nouvelle clé utilisateur peut être définie. Cette clé est valide pour toutes les données de programme !

Lors de la livraison, la clé utilisateur est réglée à « ØØØØ ».

Fig. 54 Fenêtre de dialogue pour entrer la clé utilisateur

Si la clé utilisateur entrée n'est pas acceptée, un signal sonore long se fait entendre (environ 1 seconde). Si la clé utilisateur est acceptée, un signal sonore court se fait entendre.

Fig. 55 Fenêtre de dialogue pour entrer une nouvelle clé utilisateur

5.7.10. Calibrage du système

Les valeurs nécessaires pour le calibrage du système sont affichées dans une fenêtre de dialogue. Pour ouvrir cette fenêtre, choisir **OPTIONS** → Autres → Calibrage.

Fig. 56 Fenêtre de dialogue pour le calibrage du système

Il y a deux types de calibrage : le calibrage de la carte entrées-sorties du capteur et le calibrage des modules de mesures extérieurs (Pirani et Lyo Control).

Carte entrées-sorties du capteur LSC

La carte entrées-sorties du capteur LSC convertit les signaux de mesure analogiques de façon qu'ils puissent être traités comme signaux digitaux par le système de contrôle. Ce système est calibré une fois à l'usine.

Capteurs de température PT 100

L'outil « LSC Temperature Adjustment Tool » (numéro de commande 135504) est nécessaire pour calibrer les capteurs PT100 du lyophilisateur.

5.8. Guide rapide

Le guide rapide ne remplace pas le manuel d'instruction, mais il contient de brèves descriptions concernant l'opération du système, l'entrée des paramètres et les modes d'opération.

Pour ouvrir le guide rapide choisir l'onglet ?. Le système affiche une table de matières. Utiliser les boutons [<<] et [>>] pour afficher les différentes pages du guide. Pour quitter le guide rapide, choisir [Fermer]. Le système affiche alors la fenêtre principale.

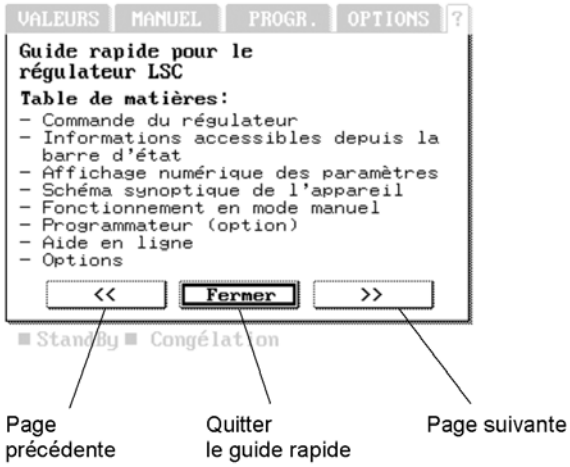


Fig. 57 Table de matières du guide rapide

6. Instructions pour corriger les erreurs

6.1. Coupure de courant

Après une coupure de courant, le système de contrôle continue le processus. Les conditions préréglées restent sauvegardées même en cas d'un déroulement de processus automatique.

En cas de panne de courant pendant la lyophilisation, tous les échantillons peuvent être rendus inutilisables. La possibilité de sauver ou non les échantillons dépend de la phase de lyophilisation atteinte par le produit au moment de la panne.

Il faut différencier les phases de dessiccation primaire et secondaire :

Le produit est en phase de dessiccation secondaire lorsque l'humidité restante est de 5% environ. Au-dessous de cette valeur, le produit n'est généralement pas endommagé en cas de panne de courant.

Si le produit est en phase de dessiccation primaire, nous conseillons d'aérer l'appareil, de sortir le produit et de le conserver dans un congélateur. Vidanger le condensat de dégivrage avant de remettre le système en marche.

6.2. Vide insuffisant

Les vannes pour vide poussé demandent une attention spéciale. Vérifier la vanne de vidange, la vanne d'aération ainsi que les robinets en caoutchouc.

Nous conseillons, après avoir déconnecté le cordon d'alimentation, de dévisser le panneau latéral gauche de l'appareil et de déconnecter dans l'appareil le tuyau de la vanne de vidange, de boucher le bout du tuyau avec un bouchon en caoutchouc et d'évacuer l'appareil. Si l'appareil atteint la pression de fonctionnement nécessaire, cela indique la présence d'une fuite dans la vanne. Ceci peut être dû à des résidus de lyophilisation, à des particules de chiffon ou à une usure des joints toriques d'étanchéité.

Pour y remédier, nous conseillons d’évacuer l’appareil et de l’aérer en utilisant la vanne de vidange de façon à emporter les éventuels résidus. Si nécessaire, remplacer les joints toriques d’étanchéité.

Si la fuite ne disparaît pas de cette façon, nettoyer ou remplacer la vanne de vidange.

Procéder de la même façon en cas d’une fuite dans la vanne d’aération.

Contrôler le joint du couvercle en vue de salissures ou d’endommagements. Nettoyer ou remplacer le joint si nécessaire.

Vérifier que toute la surface du bouchon rodé de la chambre de dessiccation est uniformément enduite de graisse à vide.

Pour tester les chambres de dessiccation avec des robinets en caoutchouc, retirer les robinets et fermer les raccords avec des bouchons en caoutchouc. Raccorder chaque robinet après l'autre et les tester sous vide pour vérifier leur étanchéité.

Vérifier que le capteur de vide n'est pas encrassé par exemple par des résidus d’eau.

Le capteur de vide a une durée de vie limitée du fait de sa conception. Les capteurs de vide défectueux peuvent être remplacés et sont disponibles en pièces détachées (VSP62, numéro de commande 125468).

Contrôler l'affichage du vide à l'aide d'un testeur (si disponible).

Pour localiser une fuite éventuelle, nous recommandons de connecter le capteur de vide directement à la tubulure d'aspiration de la pompe à vide. Si la pompe à vide chaude atteint une pression finale de 0,011 mbar au minimum, la pompe à vide et le système de mesure sont en bon état. Il y a probablement une fuite dans l'appareil si le vide insuffisant n'est pas dû à une température insuffisante du condenseur.

Vérifier l'huile dans la pompe à vide. Changer l'huile si elle est sale et tester la pression.

S’il y a toujours un vide insuffisant, l'étape suivante consiste à vérifier les connexions des petites brides (voir chapitre 4.8.2) et spécialement la position des bagues de centrage. Il n'est généralement pas nécessaire de graisser les joints avec de la graisse à vide.

La pompe à vide ne se met pas en marche :

La pompe à vide est équipée d'un disjoncteur de sécurité pour le moteur.

(Se reporter au manuel d'instructions de la pompe à vide).

Information générale :

Vérifier le vide lorsque le condenseur est à basse température.

6.3. L'appareil ne fonctionne pas

Si l'écran initial n'est pas affiché après avoir mis l'appareil sous tension, vérifier les points suivants :

- Le cordon d'alimentation est-il branché ?
- Vérifier les fusibles montés sur site.
- Vérifier le fusible 1F1 à l'arrière de l'appareil.
- Vérifier le fusible intérieur 2F3

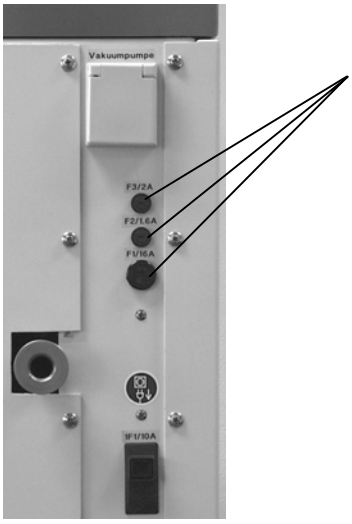
6.4. Le chauffage ne fonctionne pas

Il faut considérer que le chauffage n'est activé pendant la dessiccation primaire ou secondaire qu'après la pression de sécurité préréglée est atteinte.

Si la pression actuelle est inférieure à la valeur préréglée et que le chauffage ne soit pas encore activé, vérifier le fusible intérieur 2F1.

6.5. Le ventilateur (piège) ne fonctionne pas

- Vérifier la connexion haute précision dans le piège.
- Vérifier le fusible intérieur 2F2.



Les fusibles intérieurs 2F1, 2F2 et 2F3 se trouvent à l'arrière du lyophilisateur

Fusibles intérieurs

6.6. Température du condenseur ou du plateau insuffisante

Le groupe frigorifique est équipé d'un dispositif protecteur contre des surpressions et d'une protection thermique du moteur.

Les systèmes de protection sont activés et le compresseur est mis hors service avec

- des températures ambiantes excessives
- une circulation d'air insuffisante dans l'échangeur de chaleur de l'installation frigorifique
- une surcharge du système de réfrigération.

Lorsque les conditions de fonctionnement admissibles sont à nouveau rétablies (après quelques minutes), le groupe frigorifique se remet automatiquement en marche par l'intermédiaire du disjoncteur de protection.

Les défaillances importantes sont affichées dans le système d'information du processus et de l'appareil.

La température minimale du condenseur d'environ -55°C ou -85°C est atteinte si le condenseur n'est pas chargé et si le piège est mis sous vide.

Une circulation d'air suffisante est nécessaire. Ne rien poser derrière l'appareil.

6.7. Le système d'information du processus et de l'appareil

Messages de processus, voir le chapitre 5.6.1.

6.7.1. Messages d'erreur

Code 01

`Le vide de 6,11 mbar n'est pas atteint après 15 min de marche. Pompe mise hors tension. Fuite de vide ou défaillance de la pompe.`

Ce message est affiché si la pression de 6,11 mbar n'est pas atteinte dans le piège après 15 minutes d'opération avec la vanne régulatrice de pression ouverte. Ainsi, une fuite dans le système de vide peut être constatée et il est possible d'éviter que la pompe travaille contre la pression atmosphérique pour une assez longue durée. La cause peut en être une fuite dans le système de vide (vanne d'aération ou vanne de vidange pas fermé, placement incorrect du couvercle ou de la chambre de dessiccation ou bouchon rodé manquant dans le couvercle ou dans la chambre de dessiccation) ou un défaut de la pompe à vide (vérifier si la pompe à vide a été mise en service à l'aide du commutateur principal). La vanne régulatrice de pression est fermée et la pompe à vide est arrêtée. Remédier au défaut et confirmer le message.

Code 02

`Pression de sécurité programmée n’est pas atteinte après 20 minutes de fonctionnement.`

Ce message est affiché si la pression de sécurité préréglée n’est pas atteinte après 20 minutes d’opération de la pompe à vide (avec la vanne régulatrice de pression ouverte). Vérifier si la valeur réglée pour la pression de sécurité n’est pas trop basse.

Code 03

Voir chapitre 5.6.1.

Code 04

`Surchauffe condenseur. Température du condenseur >= 65°C! L'appareil a été passé en mode veille.`

Ce message est affiché si la température du condenseur est égale à ou dépasse +65°C. Simultanément, toutes les unités en opération sont arrêtées, c’est-à-dire, l’appareil passe automatiquement en mode « veille ». Le message peut être affiché lors du dégivrage si la température du condenseur est égale à ou dépasse +65°C. Le groupe frigorifique est arrêté pour assurer qu’il n’est pas utilisé à des températures ambiantes trop élevées. L’appareil peut être remis en service quand la température du condenseur est inférieure à +65°C. De plus, il est nécessaire de confirmer le message.

Code 20

Voir chapitre 5.6.1.

Code 21

Voir chapitre 5.6.1.

Code 22

Voir chapitre 5.6.1.

Code 23

`Coupure de courant. L'alimentation électrique a été interrompue !`

Une panne de secteur est affichée si l’alimentation en courant a été interrompue dans les conditions d’opération (mode « marche »). Le processus est continue dès que l’alimentation en courant sera rétablie.

Code 24

Voir chapitre 5.6.1.

Code 25

Voir chapitre 5.6.1.

Code 26

Voir chapitre 5.6.1.

Code 27

`Note: Module de commande incorrect.`

Veuillez contacter le service après-vente !

Code 28

`Note: Module système incorrect.`

Veuillez contacter le service après-vente !

Code 29

Voir chapitre 5.6.1.

Code 30

`Note: Erreur mémoire interne. Vérifier les réglages (valeurs de consigne) et la pile de sauvegarde.`

Ce message est affiché lors de la mise en service de l'appareil si la batterie tampon (pile de sauvegarde) pour les paramètres et l'horloge en temps réel n'a pas assez de charge. Remplacer la batterie tampon par une nouvelle batterie. Il est ensuite nécessaire de régler l'horloge (voir chapitre 5.7.4). Les paramètres (valeurs de consigne etc.) – à l'exception des modifications réalisées pendant la dernière phase d'opération – sont rechargés d'une deuxième mémoire permanente. Ils sont donc conservés même au cas d'une panne de la batterie tampon. Il est toutefois conseillé de vérifier les réglages.

Code 31

`Note : Erreur mémoire interne. La configuration réglée en usine a été chargée. Vérifier la pile de sauvegarde.`

Veuillez contacter le service après-vente !

Code 32

`Surpression groupe frigorifique GF1. Sécurité déclenchée.`

Surpression dans le groupe frigorifique GF1, déclenchée par l'interrupteur à pression. Vérifier la température ambiante et la charge de l'appareil et assurer une circulation d'air suffisante de l'échangeur de chaleur du groupe frigorifique.

Code 33

`Surpression groupe frigorifique GF2. Sécurité déclenchée.`

Surpression dans le groupe frigorifique GF2, déclenchée par l'interrupteur à pression. Vérifier la température ambiante et la charge de l'appareil et assurer une circulation d'air suffisante de l'échangeur de chaleur du groupe frigorifique.

Code 34

`Surpression groupe frigorifique GF3. Sécurité déclenchée.`

Surpression dans le groupe frigorifique GF3, déclenchée par l'interrupteur à pression. Vérifier la température ambiante et la charge de l'appareil et assurer une circulation d'air suffisante de l'échangeur de chaleur du groupe frigorifique.

Code 36

`Coupure de courant L2.`

Coupure de courant dans L2. Contrôler les fusibles sur site.

Code 37

`Coupure de courant L3.`

Coupure de courant dans L3. Contrôler les fusibles sur site.

Code 38

`Température trop élevée du liquide pour le contrôle de la température des plateaux.`

Le liquide de réglage de température a dépassé la limite maximale. Le chauffage du liquide de réglage de température est mis hors service. Il est remis en service dès que le liquide de réglage de température tombe en dessous d'une valeur limite inférieure. Les limites sont réglées dans le thermostat.

Code 39

`Niveau du liquide trop bas`

Le niveau du liquide de réglage de température dans le récipient de compensation de saumure est trop bas.

Code 40

`Capteur de température du condenseur défectueux ou déconnecté.`

Ce message est affiché si le capteur de température n'est pas connecté où s'il est défectueux. Veuillez contacter le service après-vente !

Code 41

`Mesure invalide de la pression. Capteur déconnecté ou capteur/carte électronique défectueux.`

Ce message est affiché si le filament de chauffage du capteur de vide est cassé ou si le dispositif électronique de mesure est défectueux ou si le capteur de vide n'est pas connecté.

Code 43

Voir chapitre 5.6.1.

Code 44

`Le capteur de température du système de thermorégulation des plateaux est défectueux.`

Ce message est affiché si le capteur de température n'est pas connecté où s'il est défectueux. Veuillez contacter le service après-vente !

7. Maintenance et nettoyage

7.1. Piège du condenseur

Avant chaque mise en service, vérifier que tous les résidus d'eau ont été retirés du piège. Essuyer le piège si nécessaire.

Nous conseillons d'ouvrir la vanne de vidange puis de la refermer avant chaque lyophilisation.

7.2. Echangeur de chaleur

Un échangeur de chaleur à ailettes est utilisé pour refroidir le réfrigérant comprimé par la machine frigorifique. Cet échangeur de chaleur se trouve au fond de l'appareil. Il doit être vérifié régulièrement tous les quelques mois. Retirer si nécessaire la poussière et les saletés. L'échangeur de chaleur peut être nettoyé avec une brosse et avec un aspirateur par l'extérieur ou avec de l'air comprimé par l'intérieur de l'appareil.

Un excès de saleté sur l'échangeur de chaleur entraînera une perte de performances et des pannes de l'appareil !

Remarque : Ne pas renverser l'appareil !

7.3. Ajustage et maintenance du capteur de vide VSP62

7.3.1. Maintenance du capteur de vide :

Le filament en tungstène a une durée de vie limitée à cause de la réaction chimique avec quelques composants des gaz ambiants. Le tungstène réagit en particulier avec le carbone pour former le carbure de tungstène. Le filament devient fragile et casse. Pour prolonger la durée de vie des jauges PIRANI, il est absolument nécessaire d'éviter tout contact avec des substances qui contiennent du carbone.

Un appareil de lyophilisation doit être aéré à la fin du processus de dessiccation. De plus, il est nécessaire de retirer le produit. Le processus du dégivrage est réalisé avec une vanne de vidange

ouverte et à l'aide d'eau chaude (+50°C au maximum). Essuyer le piège pour le sécher.

Ne jamais dégivrer l'appareil en le laissant pour une durée assez longue à la température ambiante. Des réactions chimiques entre le filament en tungstène et l'atmosphère ambiant peuvent en être la conséquence.

Après le dégivrage et le dessèchement de l'appareil, nous conseillons d'évacuer l'air pour environ 30 minutes avec une vanne de lest d'air ouverte. De cette façon, il est possible de retirer tous les résidus qui pourraient réagir avec le filament en tungstène.

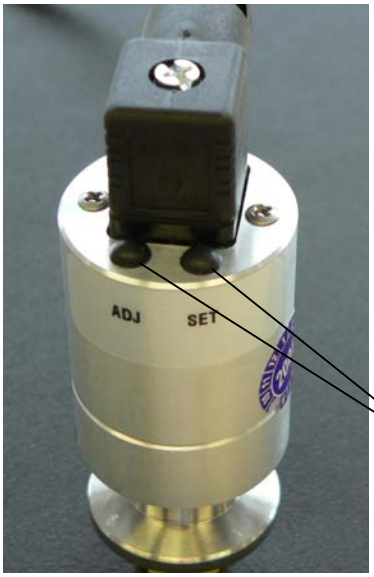
7.3.2. Remplacement et ajustage

Normalement, le capteur de vide doit être remplacé quant « --- » est affiché sur l'écran au lieu de « atm » dans la zone d'affichage du vide après l'aération du système et quand le système d'information du processus et de l'appareil affiche l'erreur 41. Si le système n'affiche pas « atm » mais, par exemple, « 800 », « 600 » ou « 400 » mbar après la phase de préchauffage et l'aération de l'appareil, le capteur de vide doit être ajusté. La phase de préchauffage du capteur de vide dure au moins 5 minutes.

Ajustage du capteur de vide :

Le capteur de vide a deux boutons (« adj » et « set ») pour l'ajustage.) Les boutons sont protégés par des capuchons de protection. Afin d'effectuer l'ajustage, il faut d'abord enlever les capuchons de protection des boutons. Utiliser une petite broche (∅ max. 2,5mm) pour actionner les boutons. Remettre les capuchons de protection en place après l'ajustage.

Le réajustage de la pression atmosphérique (atm) et du point zéro peut être effectué à l'aide du bouton « adj » (ajuster) situé directement sur le capteur de vide. Le transducteur de mesure reconnaît automatiquement de quel point d'ajustage il s'agit. Lors d'une compensation à zéro, la pression réelle doit être au-dessous de $5{,}0 \times 10^{-5}$ mbar (configuration usine). Alternativement, on peut aussi effectuer une compensation à une valeur de référence réglable (voir ci-dessous). Nous recommandons une phase de préchauffage de 5 minutes au minimum avant l'ajustage.



Boutons avec capuchons de protection pour ajuster le capteur

Ajustage à une valeur de référence de zéro spécifique:

Pour effectuer cet ajustage, la pression réelle doit être au-dessous de $1{,}0x10^{-2}$ mbar. Après la pression sur la touche « set », la zone d'affichage de vide effectif du système de contrôle LSC affiche une valeur qui correspond à la valeur d'ajustage de zéro actuellement réglée (configuration use 0,0010 mbar). Cette valeur peut maintenant être incrémentée jusqu'à $1{,}0x10^{-2}$ mbar à l'aide de la touche « adj ». Après cette valeur maximale, l'affichage recommence à 0,0010 mbar. Quand la valeur d'ajustage de zéro est adaptée à la valeur de référence de zéro actuelle, la nouvelle valeur de référence de zéro est sauvegardée après 5 secondes sans aucune pression de touches et l'ajustage est exécuté. Dès maintenant, une pression sur la touche « adj » à une pression de zéro, déclenche l'ajustage du système à la valeur d'ajustage de zéro réglée.

Si on appuie sur la touche « set » sans appuyer sur aucune autre touche, la valeur d'ajustage de zéro sera affichée pendant 5 secondes afin de pouvoir la vérifier. Aucun ajustage ne sera exécuté.

7.4. Robinets en caoutchouc

Faire spécialement attention aux robinets en caoutchouc. Si ces robinets se grippent, il faut les démonter, les nettoyer, les enduire légèrement de graisse à vide et les remonter.

7.5. Pompe à vide

Pour l'entretien de la pompe à vide, se référer au manuel d'utilisation de la pompe à vide.

En complément, nous voudrions attirer l'attention sur les points suivants :

Vérifier régulièrement le niveau d'huile de la pompe à vide à travers le verre de regard (au moins une fois par semaine en cas d'usage intensif). Rajouter l'huile manquante par l'orifice de remplissage d'huile. Une consommation d'huile ne peut pas être évitée du fait de l'utilisation de lest d'air. Se référer aux instructions de la pompe à vide pour la mise à niveau.

A partir de l'année 2004, la plupart des pompes à vide utilisées par CHRIST seront équipées d'un système automatique de retour d'huile qui retourne l'huile séparé dans le filtre d'échappement à la pompe. L'huile ne doit plus être transvasé manuellement.

Changer l'huile la première fois après une centaine d'heures d'utilisation environ. Les intervalles entre les vidanges suivantes dépendent des conditions d'utilisation. En général, l'huile doit être changée toutes les 500 à 1000 heures d'utilisation.

Toujours vidanger l'huile pendant que la pompe est chaude.

7.6. Filtre d'échappement

Si l'appareil est équipé d'un filtre d'échappement (nécessaire si les gaz d'échappement ne peuvent pas être évacués à l'air libre ou dans un système de ventilation), faire attention à ce que le niveau de condensat dans le filtre ne monte pas trop haut. Evacuer le condensat à l'aide de la vis de vidange d'huile du filtre.

(Se référer au manuel d'utilisation !)

7.7. Nettoyage

7.7.1. Nettoyage du lyophilisateur

Utiliser de l'eau savonneuse ou d'autres détergents doux solubles dans l'eau pour nettoyer le lyophilisateur. Eviter l'utilisation des substances corrosives et agressives. Ne pas utiliser des solutions alcalines ou des solvants ou agents contenant des particules abrasives. Retirer les résidus de produit de la chambre à l'aide d'un chiffon.

Il est conseillé d'ouvrir le couvercle ou la chambre de dessiccation lorsque le lyophilisateur n'est pas utilisé pour que l'humidité puisse s'évaporer.

En cas de risque de contamination avec un produit toxique, radioactif ou pathogène, suivre et respecter des mesures de sécurité spéciales.

7.7.2. Nettoyage des accessoires

Pour l'entretien des accessoires, respecter toutes les règles de sécurité spéciales car ces mesures assurent en même temps la sécurité de fonctionnement.

Les réactions chimiques et la corrosion sous contrainte (combinaison de changements de pression et de réactions chimiques) peuvent affecter ou détruire la structure des métaux et des pièces en matières synthétiques. Des craquelures difficilement détectables se propagent sur la surface et affaiblissent le matériau sans signe visible. Lorsqu'une détérioration visible sur la surface - une craquelure, une marque ou n'importe quelle autre modification, y compris la corrosion - est détectée, la pièce (plateau, récipient, chambre de dessiccation, etc.) doit être immédiatement remplacée pour des raisons de sécurité.

Afin d'éviter de les endommager, nettoyer régulièrement le ventilateur, le joint du couvercle, les récipients, les étagères, la chambre de dessiccation et les plateaux.

Nettoyer les accessoires à l'extérieur du lyophilisateur une fois par semaine ou de préférence après chaque utilisation.

En cas de risque de contamination avec un produit toxique, radioactif ou pathogène, suivre et respecter des mesures de sécurité spéciales.

Les accessoires en aluminium sont particulièrement susceptibles à la corrosion. Utiliser un agent neutre avec une valeur de pH entre 6 et 8 pour nettoyer ces pièces. Eviter les agents alcalins (pH > 8). Ceci augmente la durée de vie des accessoires et diminue la susceptibilité à la corrosion.

Un entretien soigneux par l'utilisateur augmente la durée de vie et évite les défaillances prématurées des accessoires. Les dommages causés par un manque de soin constituent un motif d'annulation de la garantie.

7.7.3. Entretien de la vanne d’aération et de la vanne de vidange

Apporter un soin particulier à la vanne d’aération et à la vanne de vidange. Le dépôt à ces endroits de résidus des lyophilisations précédentes entraîne un risque de mauvais fonctionnement du lyophilisateur. Par conséquent, faire attention à ce qu'aucun produit ou résidu n'atteigne la vanne d’aération ou la vanne de vidange.

7.7.4. Désinfection de la chambre de dessiccation, du couvercle et des accessoires

Tous les désinfectants habituels comme par exemple l'INCIDUR, Meliseptol, Sagrotan, Buraton ou Terralin (obtenus auprès des fournisseurs pour laboratoires) peuvent être utilisés.

ATTENTION ! Vérifier la compatibilité des produits avec le couvercle ou avec la chambre de dessiccation. Consulter également l'annexe « Chemical behaviour PLEXIGLAS® ».

Les lyophilisateurs et les accessoires sont constitués de différents matériaux. Tenir compte d'une possibilité d'incompatibilité. Pour l'autoclavage, vérifier la résistance continue à la chaleur de chaque matériau. Nous contacter en cas de doute. **La désinfection du lyophilisateur et des accessoires est prescrite en cas d'utilisation de matières dangereuses.**

7.7.5. Vérifications par l'utilisateur

L'utilisateur doit vérifier que les pièces importantes du lyophilisateur mettant en jeu la sécurité ne sont pas endommagées.

Ceci fait spécialement référence :

- au couvercle ou à la chambre de dessiccation
- aux joints
- au niveau d'huile de la pompe à vide
- aux accessoires et surtout aux modifications de structure comme la corrosion, les craquelures, l'abrasion et l'usure des matériaux, etc.

Vérifier également régulièrement le conducteur de mise à la terre.

8. Options

8.1. Système de contrôle de processus LPC-32, logiciel

8.2. Système de contrôle de processus LPC-32, logiciel avec matériel ordinateur

8.3. Module de programmation PGM30

8.4. Unité d’extension HED-16 LSC

8.5. LyoLog LL-1 (logiciel de documentation)

8.6. Système de mesure d’augmentation de pression

8.7. Lyocontrol

8.8. Elévateur électrique

Pour ALPHA 1-4/2-4 LSC, GAMMA 1-16 LSC / 2-16 LSC,
DELTA 1-24 LSC / 2-24 LSC,
ALPHA 1-4/2-4 LDplus et BETA 1-8/2-8 LDplus

8.9. Version résistante aux solvants

8.10. IQ / OQ

8.11. Bain réfrigérant CB 18-40

8.12. Bain réfrigérant

Sous réserve de modifications techniques.

9. Annexe

Déclaration de conformité **GAMMA 1-16 LSC/ GAMMA 2-16 LSC**

Manuel d'instructions de la pompe à vide (en cas de livraison)

Manuel d'instructions du filtre d'échappement (en cas de livraison)

Prospectus « Freeze Dryers for Routine Processes (LSC Control System) »

Prospectus « The Accessories for Freeze Drying »

Prospectus « Freeze Dryers – the program »

Chemical behaviour ®Plexiglas
(matériau de la chambre de dessiccation et du couvercle)

Pulvérisateur de désinfectant INCIDUR

(Matériau de tous les composants en contact avec le milieu)

Déclaration de retour

Déclaration de décontamination

röhm
Degussa–Hüls Group

Chemical Behaviour

PLEXIGLAS® GS
PLEXIGLAS® XT

The stated behaviour was established for the grades PLEXIGLAS GS 215, 218, 221, 222, 224, 231, 233, 240, 245 and 2458 as well as for PLEXIGLAS XT. The extruded materials are, however, attacked more easily by solvents.

For greater chemical resistance, grade PLEXIGLAS GS 209 is recommended.

The data given refer to a test temperature of 23 °C and presuppose stress-free installation.

The behaviour of the material in practice depends largely on the temperature in use. In case of doubt, we advise you to consult us as to the chemical resistance for particular applications.

The results obtained for all products, especially the branded ones, refer to the production batch tested in each case.

Paints, etc.
o Acrylic paints and lacquers
+ Non-aromatic benzines
- Nitrocellulose lacquers
+ Oil paint, pure
- Thinners in general

Antistatics
+ HB 155
+ Antistatic fluid and cleaning agent

Technical baths
+ Electroplating baths
+ Photochemical baths

Building materials and protectives
- Bitumen emulsion
+ Cement
+ Gypsum
o Hot bitumen
+ Mortar
+ Red lead

Chemicals, solvents, etc.
a) General
- Acetic acid, concentrated
o Acetic acid, up to 25%
- Acetone

Our technical advice on the uses of our materials is given without obligation. The buyer is responsible for the application and processing of our products and is also liable for observing any third-party rights. Technical data concerning our products are typical values.

röhm
Degussa–Hüls Group

+ Alum
+ Aluminium chloride
+ Aluminium oxalate
+ Aluminium sulphate
- Ammonia water
+ Ammonium sulphate
- Amyl acetate
- Aniline
+ Arsenic
+ Arsenic acid
+ Battery acid
- Benzaldehyde
- Benzene
+ Benzine, pure
- Bromine
- 1-Butanol
- Butyl lactate
+ Butyric acid, up to 5%
+ Calcium chloride
+ Calcium hypochlorite
- Carbon disulphide
- Carbon tetrachloride
- Chlorinated hydrocarbons
- Chlorine, liquid
o Chlorine water
- Chloroethyl ether
- Chlorophenol
o Chromic acid
+ Citric acid, up to 20%
+ Copper sulphate
- Cresol
+ Cyclohexane
- Diacetone alcohol
o Diamyl phthalate
- Dibutyl phthalate
+ Diethylene glycol
- Dioxane
- Ether
- Ethyl acetate
- Ethanol, concentrated
o Ethanol, up to 30%
- Ethyl bromide
- Ethyl butyrate
- Ethylene bromide
+ Ferric chloride
+ Ferrous chloride
+ Ferrous sulphate
+ Formic acid, up to 2%
o Formic acid, up to 40%
+ Glycerol
+ Glycol
+ Heptane
+ Hexane
+ Hydrochloric acid
+ Hydrofluoric acid, up to 20%
+ Hydrogen peroxide, up to 30%
+ Iodine, metallic

Röhm GmbH & Co. KG
Kirschenallee
64293 Darmstadt

Our technical advice on the uses of our materials is given without obligation. The buyer is responsible for the application and processing of our products and is also liable for observing any third-party rights. Technical data concerning our products are typical values.

röhm
Degussa-Hüls Group

Gases and vapours
+ Ammonia
o Bromine vapours, dry
+ Carbon dioxide
+ Carbon monoxide
+ Citygas
o Chlorine vapours, dry
+ Exhaust gases containing HCl
+ Exhaust gases containing HF
+ Exhaust gases containing H_2SO_4
+ Hydrogen sulphide
+ Methane
+ Nitrogen dioxide
+ Nitrogen monoxide
+ Oxygen
+ Ozone
+ Sulphur dioxide, dry

Beverages, etc.
+ Beer, wine
+ Camomile extract
+ Chocolate
+ Fruit juice, milk, coffee
o Spirits, up to 30%
+ Vinegar
+ Water, mineral water

Adhesives and sealants
- Acrylate sealing compound
o All-purpose adhesive
+ Insulating tape
o PATTEX® special-purpose glue
+ PERBUNAN®
o PLEXISOL® adhesive
o PLEXIT®
+ PLEXTOL® adhesive
- Polyurethane sealing compound
+ Sealing strips (EGO-FERM®, TEROSTAT® 81/86)
o Silicone
- Thiokol rubber (one-and-two component)

Cosmetics, etc.
- Camphor
+ DIPLONA® hair oil
+ Face tonic
+ Glycerine
+ Hair setting lotion (PRIMAWELL®)
- Nail varnishes
- Nail varnish removers
+ Ointments
+ Peat water
+ POLYCOLOR®
+ Seawater
+ Soaps
o Sprays

Röhm GmbH & Co. KG
Kirschenallee
64293 Darmstadt

Our technical advice on the uses of our materials is given without obligation. The buyer is responsible for testing and processing of our products and is also liable for observing any third-party rights. Technical data concerning our products are typical values.

röhm
Degussa-Hüls Group

Plastics
+ Foam plastics
- Foam plastics, plasticised
+ Polyamide
+ Polyethylene
+ PVC
- PVC, plasticised
+ Rubber
- Rubber, plasticised

Foods and spices
+ Aniseed, bay leaf, nutmeg
- Cloves
+ Common salt
+ Honey, pure
+ Ice cream
+ Meat, fish
+ Pepper, cinnamon, onions
+ Pickles

Cleaning agents
a) General
Acids, see under chemicals
- Alcohol, concentrated
o Alcohol, up to 30%
Alkalis, see under chemicals
+ Ammonia solution
- Benzine, mixture, containing aromatics
+ Benzine, non-aromatic
+ Bleach
- Carbon tetrachloride
- Methylated spirits
- Perchloroethylene
+ Petroleum
+ Petroleum ether
+ Soap solution
+ Soda water
- Stain remover
- Trichloroethylene
+ Turpentine
+ Turpentine substitute

b) Branded products
+ AJAX®
+ ANTISTATISCHER KUNSTSTOFFREINIGER UND PFLEGER
+ BFK® cleanser
o BOLIMENT®
+ BOTTCHERIN®
+ BURMAT®
+ BURNUS®
+ CILLIT-GRÜN®
+ DOR®
+ DOSYL®
+ DOSYLAN®
+ FAKO® Polish
+ FAKO® Polishing Paste
+ FEWA®

Röhm GmbH & Co. KG
Kirschenallee
64293 Darmstadt

Our technical advice on the uses of our materials is given without obligation. The buyer is responsible for testing and processing of our products and is also liable for observing any third-party rights. Technical data concerning our products are typical values.

röhm
Degussa–Hüls Group

+ FRAPPIN®
+ FÜLLBOX®
+ LAVAPLEX®
+ NULL-NULL®
+ PERSIL®
+ PLEXIKLAR®
+ PRIL®
+ REI®
+ SEIFIX®
- SIDOLIN®
- SPECTROL®
+ SPÜLI®
+ WC-00®

c) Cleaning agents for pipes and tanks
+ CALGONIT® D, DA, S
+ NEOMOSCAN® M, M powder
+ Niroklar GR liquid
+ Niroklar GR powder
+ P3
o P3 basic cleaner
+ P 3-dix

Pesticides
- Sprays (applied directly)
o Sprays (applied in the air)
o Pesticides in aqueous solutions
+ NEXION® stable spray
+ RABOND® stable spray

Protective coatings (strippable)
+ DIEGEL® liquid film 23922
+ KOPPERSCHMIDT® covering paste
o SPRAYLAT

Other substances
+ Urine
- Fuel for petrol engines
o Fuel for diesel engines

The symbols signify:

+ = resistant
o = conditionally resistant
– = not resistant

Note:
The commercial products mentioned in columns b), and especially those marked ®, have been tested on our products just once.
Different results may be obtained if manufacturers change their formulations.

röhm
Degussa–Hüls Group

Our technical advice on the uses of our materials is given without obligation. The buyer is responsible for the application and processing of our products and is also liable for observing any third-party rights. Technical data concerning our products are typical values. Subject to alteration.

® = registered trademark

PLEXIGLAS = registered trademark of Röhm GmbH, Darmstadt

Important notice
This is an international English-language information prepared for several markets.
It is essential that the selection of particular materials and their methods of use conform with the requirements of national and local Building Regulations.
The availability of any particular product should be checked with your supplier.

FICHE DE DONNEES DE SECURITE selon 91/155/CEE - ISO 11014-1

INCIDUR

---

1. IDENTIFICATION DU PRODUIT ET DE LA SOCIETE

Identification du produit:
INCIDUR

Désinfectant de surface pour inventaire médical et d'autres surfaces lavables

Medical Devices class IIa.

Identification de la société/entreprise:
Ecolab AG., Kriegackerstr. 91, CH-4132 Muttenz
Tel.-Nr.: 061/4669-466

2. COMPOSITION/INFORMATION SUR LES COMPOSANTS

Indication de composant (conformément à la recommandation C.E.E. 89/542:
5 - 15 %: Tensio-actifs anioniques,
moins de 5%: Tensio-actifs non ioniques,
autres composants: agents antimicrobiens, renforçateurs de nettoyage, complexants, colorants, parfum

Indication de composant:

8.8 %	Glyoxal	
	Symbole:	Xn
	R-Phrases:	20-36/38-43-68
	EINECS:	203-474-9
4.5 %	Glutaraldéhyde	
	Symbole:	T,N
	R-Phrases:	23/25-34-42/43-50
	EINECS:	203-856-5
1- 5 %	Ethoxylate d'alcool gras	
	Symbole:	Xn
	R-Phrases:	22-41
	EINECS:	Polymère
5-15 %	Alkylbenzènesulfonate	
	Symbole:	Xi
	R-Phrases:	38-41
	EINECS:	270-115-0

FICHE DE DONNEES DE SECURITE selon 91/155/CEE - ISO 11014-1

INCIDUR

---

3. IDENTIFICATION DES DANGERS

Xn Nocif
R 37/38: Irritant pour les voies respiratoires et la peau.

R 41: Risque de lésions oculaires graves.
R 42/43: Peut entra™ner une sensibilisation par inhalation et contact avec la peau.
R 68/20/21: Nocif: possibilité d'effets irréversibles par inhalation et par contact avec la peau.

4. PREMIERS SECOURS

Après inhalation:
Air frais; en cas de persistance des maux, consulter un médecin.

Après contact avec la peau:
Rincer à l'eau courante et au savon.Soigner la peau. Eloigner les vªtements contaminés.

Après contact avec les yeux:
Rincer à l'eau courante, (pendant 10 minutes), sinécessaire consulter un ophtalmologiste.

Après ingestion:
Rincer la cavité buccale,boire 1 à 2 verres d'eau, consulter un médecin.

5. MESURES DE LUTTE CONTRE L'INCENDIE

Moyens d'extinction appropriés:
Tous les moyens d'extinction utilisables appropriés

Moyens d'extinction a ne pas utiliser pour des raisons de securité:
aucun connu

Risque particulier résultant de l'exposition au produit, en tant que tel, aux produits de la combustion, aux gaz produits:
aucun connu

Equipement de protection spécial pour le personnel préposé à la lutte contre le feu:
Porter un appareil respiratoire independant de l'air ambiant.

6. MESURES A PRENDRE EN CAS DE DISPERSION ACCIDENTELLE

Mesures de protection individuelle:
Eviter le contact avec la peau et les yeux. Veiller à une aération suffisante.

Mesures de protection de l'environnement:
Veiller à ce que de grandes quantités ne pénètrent pas dans les égouts.

Méthode de nettoyage/d'absorption:
Balayer mécaniquement. Diluer les résidus avec beaucoup d'eau.

Autres données:
Diluer par petites quantités avec beaucoup d'eau puis rincer.

7. MANIPULATION ET STOCKAGE

Manipulation:
Aucune mesure particulière n'est requise.

Stockage:
Ne conserver que dans le conditionnement d'origine.
Ne pas stocker à température supérieure à 25 'C;

8. CONTROLE DE L'EXPOSITION/PROTECTION INDIVIDUELLE

Mesures permettant la réduction de l'exposition:
Aucune mesure particulière n'est requise.

Valeurs limites a controler sur le lieu de travail:
Glutaraldéhyde
CAS-Nr.: 111-30-8
MAK: 0.05 ppm (0.21 mg/m3)

Risque éventuel pour la santé lors d'un dépassement de la valeur de concentration maximale au poste de travail.

Protection individuelle:
En cas de contamination de la peau laver abondamment à l'eau et au savon;appliquer une crème de protection.
Protection respiratoire: Au cours de l'utilisation en grosse quantité,
Protection des mains: Gants de protection contre les produits chimiques en caoutchouc butyle ou caoutchouc nitrile de la catégorie III selon EN 374. Veuillez tenir compte des indications du fabricant de relatives à l'imperméabilité et à la longévité ainsi que des conditions spéciales qui règnent aux postes de travail.
Protection des yeux: lunettes de protection étanches

9. PROPRIETES PHYSIQUES ET CHIMIQUES

Forme:	Liquide
Couleur:	vert
Odeur:	d'aldéhyde
Valeur du pH:	(non dilué) (20'C) ca. 4,5
Point de trouble:	< 0 'C
Point de clarification:	> 0 'C
Point éclair:	préparation aqueuse
Masse volumique:	(20'C) 1,09 g/cm3
Solubilité:	(20'C) soluble dans l'eau
Viscosité:	(20'C) ca. 15 mPa.s H¦ppler

10. STABILITE ET REACTIVITE

Conditions à eviter:

Pas de décomposition en cas d'usage conforme

Matières à eviter:
aucune connue aux conditions normales d'utilisation

Produits de décomposition dangereux:
aucun aux conditions normales d'utilisation aucune connue

11. INFORMATIONS TOXICOLOGIQUES

Possibilité d'effets irréversibles.

Inhalation:
Nocif par inhalation.
Irritant pour les voies respiratoires.

Ingestion:
Nocif en cas d'ingestion.

Contact avec la peau:
Le produit est irritant pour la peau et pour les muqueuses.

Peut entra™ner une sensibilisation par inhalation .
Peut entra™ner une sensibilisation par contact avec la peau.

Contact avec les yeux:
Risque de lésions oculaires graves.

12. INFORMATIONS ECOLOGIQUES

Informations concernant l'élimination:
Les tensio-actifs contenus dans le produit sont en moyenne biodégradables au moins de 90% selon l' ordonnance sur les agents de surface (Tensid. du 04.06.1986) de la législation portant sur les détergents et les nettoyants (WRMG)

13. CONSIDERATIONS RELATIVES A L'ELIMINATION

Collecte de déchets pour recyclage ou retraitement agréé.

Utiliser la quantité de produit résiduelle dans l'emballage de préférence selon le mode d'emploi.

Les clés de déchets EAK se réfèrent à l'origine.
Le fabricant ne peut donc indiquer aucune clé de déchet pour les articles voire les produits utilisés dans les différentes branches.
Nous sommes là pour vous conseiller de cas en cas.

Eliminer les emballages vides aux emplacements réservés à la récupération des matériaux.
Seuls les emballages nettoyés soigneusement pourront ªtre recyclés.

14. INFORMATIONS RELATIVES AU TRANSPORT

Aucun danger selon les règlements RID/ADR, GGVS/GGVE,

(Transport terrestre français - ADR), ADNR, IMDG,
IACAO-TI/IATA-DGR.

15. INFORMATIONS REGLEMENTAIRES

Symboles de danger:
Xn Nocif

Composants dangereux:
Glutaraldéhyde, glyoxal

Phrases R:
R 37/38: Irritant pour les voies respiratoires et la peau.
R 41: Risque de lésions oculaires graves.
R 42/43: Peut entra™ner une sensibilisation par inhalation et contact avec la peau.
R 68/20/21: Nocif, possibilité d'effets irréversibles par inhalation et par contact avec la peau.

Phrases S:
S 2: Conserver hors de la portée des enfants.
S 23: Ne pas respirer les aérosols.
S 26: En cas de contact avec les yeux, laver immédiatement et abondamment avec de l'eau et consulter un spécialiste.
S 36/37/39: Porter un vªtement de protection approprié, des gants et un appareil de protection des yeux / du visage.
S 45: En cas d'accident ou de malaise consulter immédiatement un médecin (si possible lui montrer l'étiquette)

Prescriptions nationales:
OFSP T-No.: 610 184
Classe de toxicité: 4

16. AUTRES INFORMATIONS

Cette fiche complète la notice technique d'utilisation mais ne la remplace pas. Les renseignements qu'elle contient sont basés sur l'état actuel de nos connaissances. Ils sont donnés de bonne foi. L'attention des utilisateurs est en outre attirée sur les risques éventuellement encourus lorsqu'un produit est utilisé à d'autres usages que ceux pour lesquels il est conçu.
Le produit est destiné à l'application industrielle.

Teneur intégrale des phrases R mentionnées sous leur forme abrégée dans la fiche de données de sécurité jointe. Le marquage du produit figure au chapitre 15.
R 20: Nocif par inhalation.
R 22: Nocif en cas d'ingestion.
R 23/25: Toxique par inhalation et ingestion.
R 34: Provoque des br-lures.
R 36/38: Irritant pour les yeux et la peau.
R 38: Irritant pour la peau.
R 41: Risque de lésions oculaires graves.
R 42/43: Peut entra™ner une sensibilisation par inhalation et contact avec la peau.
R 43: Peut entra™ner une sensibilisation par contact avec la peau.
R 50/53: Très toxique pour les organismes aquatiques, peut entra™ner des effets néfastes à long terme pour l'environnement aquatique.

R 68: Possibilité d'effets irréversibles.

Déclaration de décontamination / déclaration de retour

Les déclarations ci-jointes ont pour but d'assurer la sécurité et la santé de nos employés. Joindre les formulaires remplies à chaque retour de lyophilisateurs, de centrifugeuses, de pièces de rechange et d'accessoires, s.v.p.

Veuillez comprendre que nous ne pourrons commencer les travaux qu'après avoir reçu les déclarations.

(Nous recommandons de photocopier ces pages plusieurs fois.)

!!! Coller ce formulaire à l'extérieur de l'emballage, s.v.p. !!!

Déclaration de retour

	OUI	NON
Déclaration de décontamination jointe :		
Appareil / composant contaminé :		
Appareil / composant inutilisé :		

!!! Coller ce formulaire à l'extérieur de l'emballage, s.v.p. !!!

MARTIN CHRIST **SIGMA**

Déclaration de décontamination

de lyophilisateurs, concentrateurs sous vide, centrifigeuses, accessoires et pompes à vide.

Cette déclaration doit être remplie et signée uniquement par une personne habilitée.

Démande de réparation : _____
Commande No. : _____

Type d'appareil : _____ No.de série : _____
Type d'appareil : _____ No de série : _____
Type d'appareil : _____ No de série : _____
Type d'appareil : _____ No de série : _____

Accessoires : _____
_____

L'équipement est-il exempt de substances dangéreuses ? OUI O NON O

Si non, quelles substances ont été en contact avec l'équipement ?

Nom des substances : _____
_____

Remarques (par ex. : ne toucher qu'avec des gants) _____
_____

Caractéristiques générales des substances :

Caustique	O	Toxique	O
Corrosive	O	Explosive	O
Risque biologique	O	Radioactive	O

Quelle combinaison de substances peut-elle entraîner la formation de matières dangereuses?
Nom des substances : _____
_____

Cet équipement a-t-il été nettoyé avant expédition ? OUI O NON O

Cet équipement a-t-il été décontaminé pour ne plus présenter de risque sanitaire ?
OUI O NON O

Avant réparation, les composants contaminés par de la radioactivité doivent être décontaminés suivant les réglementations en vigeur de radioprotection.

Déclaration d'engagement légal

Je soussigné déclare par la présente que les informations contenues dans cette déclaration sont correctes et complètes.

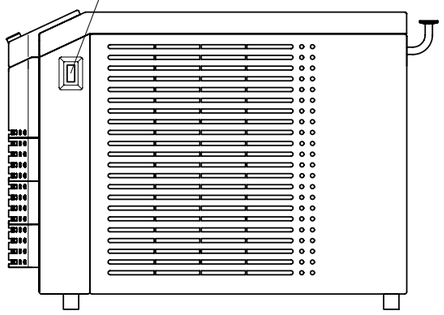
Entreprise / Institution : _____
Rue : _____
Code postal, commune : _____
Tél.: _____ FAX : _____
Nom : _____

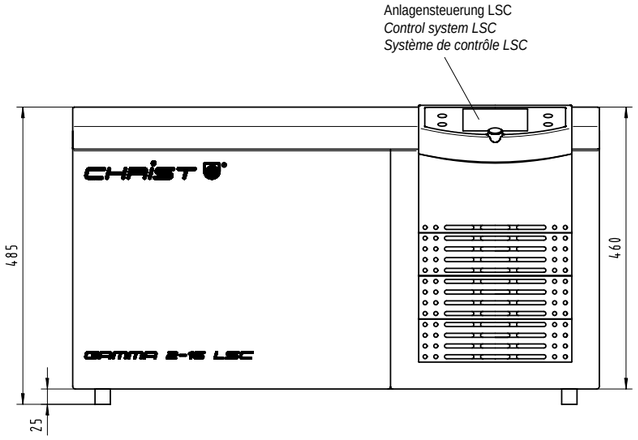
Date : _____ Cachet :

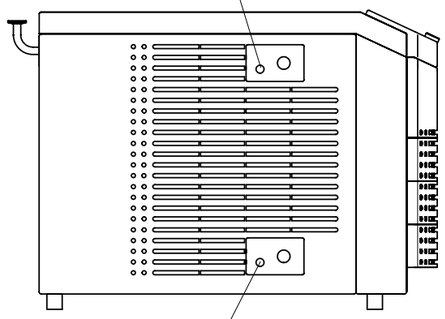
Signature : _____ _____

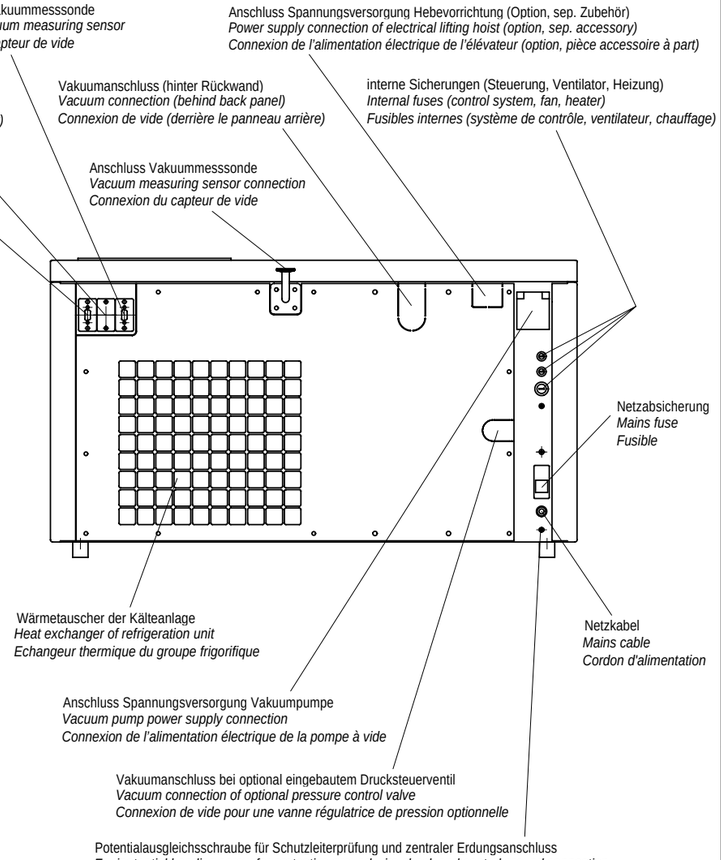
Formblatt Unbedenklichkeitserklärung			Unbedenk-fran..doc
Erstellt: Dieckmann	Genehmigt: Dr. Seeringer	Datum: 08.02.2006	Rev.:

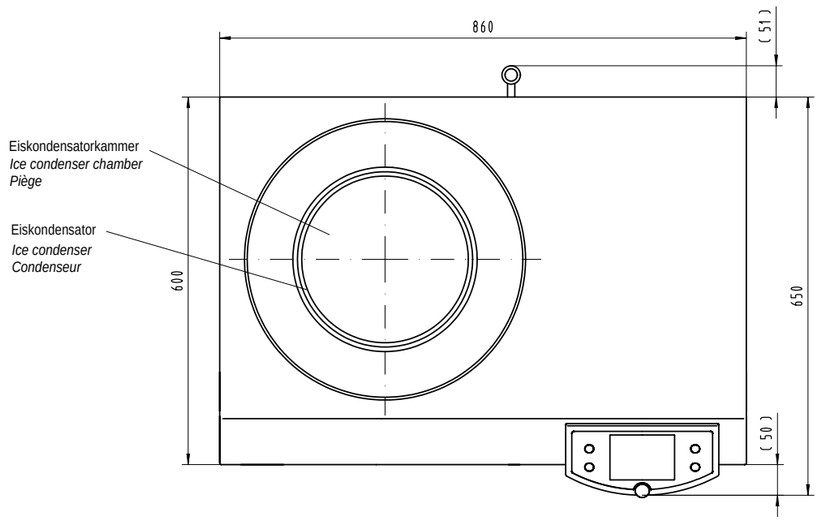
10. Fonctions spéciales








serielle Schnittstelle Vakuummesssonde
Serial interface of vacuum measuring sensor
Interface sérielle du capteur de vide
Anschluss Spannungsversorgung Hebevorrichtung (Option, sep. Zubehör)
Power supply connection of electrical lifting hoist (option, sep. accessory)
Connexion de l'alimentation électrique de l'élévateur (option, pièce accessoire à part)
zusätzlicher Anschluss Schnittstelle (Option, sep. Zubehör)
Additional interface connection (option, sep. accessory)
Connexion interface supplémentaire (option, accessoire à part)
Vakuumanschluss (hinter Rückwand)
Vacuum connection (behind back panel)
Connexion de vide (derrière le panneau arrière)
interne Sicherungen (Steuerung, Ventilator, Heizung)
Internal fuses (control system, fan, heater)
Fusibles internes (système de contrôle, ventilateur, chauffage)
serielle Schnittstelle
serial interface
Interface sérielle
Anschluss Vakuummesssonde
Vacuum measuring sensor connection
Connexion du capteur de vide
Netzabsicherung
Mains fuse
Fusible
Wärmetauscher der Kälteanlage
Heat exchanger of refrigeration unit
Echangeur thermique du groupe frigorifique
Netzkabel
Mains cable
Cordon d'alimentation
Anschluss Spannungsversorgung Vakuumpumpe
Vacuum pump power supply connection
Connexion de l'alimentation électrique de la pompe à vide
Vakuumanschluss bei optional eingebautem Drucksteuerventil
Vacuum connection of optional pressure control valve
Connexion de vide pour une vanne régulatrice de pression optionnelle
Potentialausgleichsschraube für Schutzleiterprüfung und zentraler Erdungsanschluss
Equipotential bonding screw for protective ground wire check and central ground connection
Vis d'équilibrage de potentiel pour le contrôle du conducteur de protection et pour la connexion centrale de terre.



Schutzvermerk nach DIN 34 beachten!

Verwendungsbereich					Oberflächen DIN ISO 1302		Allgemeintoleranzen DIN ISO 2768 -mk-	Maßstab 1:5	Gewicht
								Werkstoff, Halbzeug Kohlelt-Nr	
						Datum	Name	Benennung Aufstellplan Layout / Plan d'arrangement GAMMA 1-16 / 2-16 LSC	
					Bearb	13.10.2003	Dünkler		
					Gepr	13.06.2006	M. Umbach		
					Norm				
06.227	Zeichnung aktualisiert	13.06.2006	Gr		MARTIN CHRIST 37520 Osterode			Zeichnungsnummer 170340	Blatt 1 1 Bl.
04.261	Beschriftung zugefügt	26.08.2004	Gr						
Zust.	Änderung	Datum	Name	Ursr				Ers. f	Ers. d